

MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA
MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETE

MFKI '79

ÉVKÖNYV

58. 137

OLVASOTÉRKI PÉLDANY

MFKI '79

ÉVKÖNYV

MTA KFKI Könyvtár



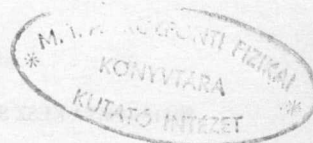
58.137

MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADEMIA
MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETE

Budapest IV., Főti út 56.

Levélcím: Budapest, Újpest 1. Pf. 76.

Irányítószám: 1325



2015

KÖZPONTI KUTATÓ INTÉZET KÖNYVTÁRA

lelárba vevő 58.134 sz. alatt.

Budapest, 1988. év TP hó 9. n

Jubra

2014

1988

OLVASÓTERMI PÉLDÁNY

Kiadja az MTA MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETE

Felelős kiadó:

NAGY ELEMÉR igazgató

Felelős szerkesztő:

SEBESTYÉN TIBOR

Lektor:

URAY LÁSZLÓ

A szerkesztő munkaközösség tagjai:

KOVÁCS EDIT

NÉMETH GYÖRGYNÉ

STAUD MÁRTA

HU ISSN 0139-4363

8011334 MTA KESZ Sokszorosító, Budapest. F. v.: dr. Héczey Lászlóné

TARTALOMJEGYZÉK

ELŐSZÓ	IX
Nagy Elemér	

ÚJ TERMÉKEK ÉS ELJÁRÁSOK FEJLESZTÉSE

GaAs SCHOTTKY-DIÓDÁK FEJLESZTÉSE ÉS ALKALMAZÁSA	3
Szentpáli B., Tichy-Rács Á.	
FÉLVEZETŐ TISZTASÁGU GaAs SZINTÉZISE HAZAI TISZTÍTOTT GALLIUM FELHASZNÁLÁSÁVAL	6
Görög T., Lendvay Ö.	
MIKROHULLÁMU DOPPLER-MODUL FEJLESZTÉSE ÉS NÉHÁNY ALKALMAZÁSA	9
Mojzes I.	
FAMOS TIPUSU MEMÓRIA KIFEJLESZTÉSE	13
Lőrinczy A., Ponomarenko J., Heksch F.	
TÖLTÉSCSATOLÁSU TOLÓTÁROLÓK ÉS SZÜRŐK KIFEJLESZTÉSE ..	16
Biró S., Forgács G., Németh Tné.	

MNOS TIPUSU UJ ÁRAMKÖRÖK FEJLESZTÉSE	19
Stubnya Gy., Tüttö P., Horváth Zs., Balázs J., Szabó R.	
AKUSZTIKUS FELÜLETI HULLÁMOK TERJEDÉSÉN ALAPULÓ KF-SZÜRŐK KIFEJLESZTÉSE SZINES TELEVIZIÓHOZ	22
Andrási Ané., Beleznay F., Püspöki S., Serényi M.	
SIKFEKVÉSSZABÁLYOZÁSI KISÉRLETEK A DUNAI VASMŰ HIDEGHENGERMŰVÉBEN	25
Ivanov P., Gaál I., Major J., Gráner J., Hauszner E., Zsámbok D.	
OXIGÉN AKTIVITÁS MÉRÉSE ACÉLOLVADÉKOKBAN	30
Salamon A., Major J., Reisinger Gy., Bartha L.	
A WOLFRAM FINOMHUZÁSÁHOZ KAPCSOLÓDÓ KUTATÁSOK	33
Gróh R., Horacsek Oné., Nagy T.A., Varga L.	
AZ OXIGÉN SZEREPE A MOLIBDÉN MECHANIKAI TECHNOLOGIÁJÁBAN..	37
Varga J., Bartha L., Varga L.	
NAGYÉRZÉKENYSÉGŰ SPEKTROMÉTER FÉLVEZETŐK MÉLYNIVÓINAK VIZSGÁLATÁRA	40
Ferenczi Gy.	
NAGY MÉRÉSI SEBESSÉGŰ AUTOMATIKUS TERMOGRAVIMÉTER	42
Németh K., Németh T., Reisinger Gy.	
LINEÁRIS MŰKÖDÉSŰ MIKRODENZITOMÉTER LÉZER FÉNYFORRÁSSAL	45
Kozma L., Heltai Gy., Zimmer K., Bartha L.	
NAGYÉRZÉKENYSÉGŰ HARMATPONTMÉRŐ BERENDEZÉS	47
Görög T., Tóth A., Lőrinczy A., Lendvay Ö.	
AUTOMATIKUS RENDSZERŰ LÁMPAVIZSGÁLÓ FOTOMÉTER	49
Brósz R., Czibula Gy.	
SZINMÉRŐ ALKALMAZÁSI PROBLÉMÁI A SZINES KÉPCSÖVEK MINŐSÍTÉSÉRE	52
U.Vanyek M.	

ANYAG- ÉS SZERKEZETVIZSGÁLATOK

AUGER-VIZSGÁLATOK A WOLFRAMMINTÁK TÖRT FELÜLETÉN	57
Menyhárd M.	
KÉKOXIDOK ÖSSZETÉTELÉNEK MEGHATÁROZÁSA	60
Németh T., Kiss B.A., Salamon A., Bartha L.	
LÁNGNÉLKÜLI ATOMABSZORPCIÓS MÓDSZEREK ALKALMAZÁSA	62
Tekuláné Buxbaum P.	
A MATTHIESSEN-SZABÁLYTÓL VALÓ ELTÉRÉS VÁLTOZÁSA AZ ERŐSEN ALAKITOTT ADALÉKOS WOLFRAM LÁGYULÁSA SORÁN	63
Szőkefalvi-Nagy Á.	
SZINTERELÉSI NYAKAK VIZSGÁLATA SÜTÖTT WOLFRAMRUDAKBAN .	65
Uray L., Skopál I.	
WOLFRAMHUZALOK SZEMCSÉINEK ORIENTÁCIÓS VIZSGÁLATA PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓPPAL	68
Koltai F., Radnóczy Gy.	
TERMODIFFUZIÓ HATÁSA AZ ILLÉKONY SZENNYEZŐK KIPÁROL- GÁSÁRA	71
Gaál I., Csépes Z.	
AZ ERŐSEN ALAKITOTT K-Al-Si ADALÉKOS WOLFRAM LÁGYULÁSA	73
Lipták L., Major J., Gaál I.	
AUGER-SPEKTROMETRIAI VIZSGÁLATOK SZERSZÁMACÉL TÖRÉSI FELÜLETEIN	75
Hegedüs Z., Romhányi K., Szászné Csih Zs., Gergely Gy., Menyhárd M.	

VI

PRECIPITÁTUMOK AZONOSÍTÁSA ÉS ELEKTRONSUGARAS MIKRO-ELEMZÉSE SZILICIUM ALAPU FÉLVEZETŐ ESZKÖZÖKBEN	78
Barna Á., Pasemann, M., Werner, P., Hagel, H.	
SZILICIUM TRANZISZTOROK KÖTÉSDEGRADÁCIÓS MEGHIBÁSO-DÁSÁNAK VIZSGÁLATA	81
Vladár A., Tóth A., Kalmár G., Benyovszky Gy.	
DETEKTÁLÁSI HATÁROK VIZSGÁLATA VÉKONYRÉTEGEK ELEKTRON-SUGARAS MIKROANALIZISÉBEN	84
Pozsgai I., N.P. Iljin	
FOSZFORSZILIKÁT ÜVEGEK ELEKTRONSUGARAS MIKROANALIZISE .	87
Tóth A., Puskás J.	
KORREKCIÓS ELJÁRÁS A RÖNTGENSUGÁRZÁS ABSZORPCIÓJÁRA, VÉKONYRÉTEGEK KVANTITATIV MIKROANALIZISÉBEN	89
Pozsgai I.	
GaP ALAPU VILÁGÍTÓ DIÓDÁK DEGRADÁCIÓJÁNAK KUTATÁSA	92
Ferenczi Gy., Somogyi M.	

ALAPOZÓ KUTATÁSOK

GaAs KONTAKTUSRÉTEGEK EPITAXIÁS SZINTÉZISE VÉKONY SZILÁRD- VAGY FOLYADÉKFÁZISBAN	97
Mojzes I., Sebestyén T., Szigethy D., Gergely Gy., Barna P.	
GaAsSb EPITAXIÁS NÖVESZTÉSE INFRAVÖRÖS FÉNYFORRÁSOK CÉLJÁRA	99
Lendvay Ö., Görög T.	
Ni-Cr ELLENÁLLÁSRÉTEGEK SZERKEZETI ÉS ELEKTROMOS TULAJDONSÁGAINAK SZIMULTÁN KÖVETÉSE IN-SITU ELEKTRON-MIKROSZKÓPIÁVAL A HŐKEZELÉS FOLYAMÁN	101
Barna Á., Barna P., Lomniczy M.	

ETALON NÉLKÜLI, KVANTITATIV, ENERGIADISZPERZIV RÖNT- GEN-MIKROANALIZIS	104
Lábár J.	
HALMOK KÉPZŐDÉSE AZ ALUMINIUM VÉKONYRÉTEGEK FELÜLE- TÉN	107
Reicha, F.M., Barna P.	
KÉMIAI ÉS SZERKEZETI VÁLTOZÁSOK AMMÓNIUM-META- ÉS PARAWOLFRAMÁTOK HŐKEZELÉSEKOR	110
Farkasné Jahnke M., Grósz T., Benes E., Vadasdi K.	
A FOLYADÉKFÁZISU SZINTERELÉS SORÁN BEKÖVETKEZŐ IRÁ- NYITOTT SZEMCSENÖVEKEDÉS HAJTÓERŐI	113
Kozma L., Huppmann, W., Bartha L., Mezei P.	
PERKOLÁCIÓS MODELLEK ÉS PORKOHÁSZATI ALKALMAZÁSUK	116
Geszti T., Kertész J., Vicsek T.	
LED ESZKÖZÖK OBJEKTIV ÉS PSZICHOFIZIKAI ÉRTÉKELESE	119
Wágnerné Pálmai É.	
ZnMgTe ALAPU FÉNYKIBOCSÁTÓ ESZKÖZÖK KÉSZÍTÉSE	121
Somogyi K.	

ELŐSZÓ

Évkönyvünk második kötetét nyújtjuk át ezennel olvasóinknak. A 77-es évkönyvünk beköszöntő volt, igyekeztünk áttekintő képet adni Intézetünk tevékenységi területeiről, a felkinált kutatási lehetőségekről. Két év után határozottabban mutathatjuk be credményeinket, és ezzel utalhatunk céljainkra és terveinkre.

A 79-es évkönyv szerkezete eltér a szervezeti felépítés szerinti sorrendtől. A tagolás a megoldott és átadott jelentős kutatási eredmények, anyag- és szerkezetvizsgálatok és a jövőbeli feladataink megoldását alapozó kutatások szerint történt.

A szervezeti hierarchia ugyanis, ami a kutatókapacitás és a nagyértékű műszerek optimális kihasználásához alapvető követelmény, nem lehet gátja a műszaki-tudományos feladat optimális megoldásának. Ha csak a félvezető eszközök és jelenségek kutatására gondolunk, nem nélkülözhetjük a legsokoldalubb mikroszerkezet vizsgálati módszereket. A félvezető-fém határfelületet sem érthetjük meg, ha olyan fogalmak mint eutektikum, felületi feszültség, egyensúlytól távoli befagyasztott állapotok nem teljesen világosak a kutatócsoport előtt. Végül, de nem utolsósorban manapság elképzelhetetlen, hogy korszerű automatizált mérés-technika és számítógépes kiértékelés nélkül elegendő meny-

nyiségű /és pontosságú/ adatot lehessen értelmes idő alatt összegyűjteni.

E helyt szeretnék még egy örökzöld témával, az "alapkutatás" fogalmával kapcsolatban néhány megjegyzést tenni. Szűk perspektívájú szemlélet az, amely a tudomány belső törvényszerűségeinek feltárását célzó alapkutatást csak a távol jövőben, talán sohasem alkalmazhatónak tekinti. A véges időn belül alkalmazható kutatástól pedig az alaptudományokhoz való csatlakozás lehetőségét vonja meg.

Ez egy iskolás szemlélet. Ha egy technológiát természettudományos alapossággal tekintünk át, megismerjük az értelmezés alapjául szolgáló tudományos elveket, eldönthetjük, hogy az korszerű-e. Sok esetben arra a megállapításra fogunk jutni, hogy nem az. Egy kedvenc - így szükségképpen szubjektív - példámát emlitem csak. A porkohászat szokványos műszaki tárgyalása például egyetemi szintű makroszkópikus differenciálegyenletekkel dolgozik vagy párkölcsönhatásokból indul ki, ezért nem tudja figyelembe venni azt az alapvető tényt, hogy a valódi esetben 10^{12} - 10^{15} erősen kölcsönható részecskéből álló rendszerről van szó. Erre éppen az alaptudomány szolgáltat megfelelő leírást: a statisztikus fizika perkolációelméletét. Meggyőződésem, hogy alapkutatás és alkalmazott kutatás csak egymás mellett, egymást stimulálva érhet el igazi eredményeket.

Az alapkutató tudomásul veszi az alkalmazás társadalmi igényeit és keresi az alaptudományban szükséges új utat /v.ö. irányított perkoláció/ felismerve új, univerzális törvényszerűségeket, de egyben állandóan látja és érzi azt is, hogy gondolatai nyomán a technológiát kidolgozó kutató pontosabb képet kapott. Egy-két év óta porkohászati kutatóink már nem a fémszemcsék összenövéséről beszélnek, hanem a pórusok összefüggő vagy zárt rendszeréről. Ezáltal sok, régóta ismert gyakorlati törvényszerűség egyszerű magyarázatot kapott, mivel felismerték a lényeges jelenségeket. Így lehetünk csak képesek tudatos technológia kidolgozására.

A tanulság világos: ha kizárólag csak a kutatást végző

emberre gondolunk, az alapkutatás és alkalmazás megkülönböztetése az átlagos kutatókra még csak-csak fenntartható, de ha a kutatás eredményessége az érdekes, akkor általában csak csoportmunkára gondolhatunk, amibe a régi terminológiájú alap- és alkalmazott kutatás, gyakran a fejlesztés is, automatikusan beletartozik. A kutatómunka ilyen korszerű szervezeti formáit igyekeztünk létrehozni az MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézetében, a jelen évkönyvben ismertetett eredményeink nagyrészt már ezen alapulnak.

Nagy László

ÚJ TERMÉKEK ÉS ELJÁRÁSOK FEJLESZTÉSE

GaAs SCHOTTKY-DIÓDÁK FEJLESZTÉSE ÉS ALKALMAZÁSA

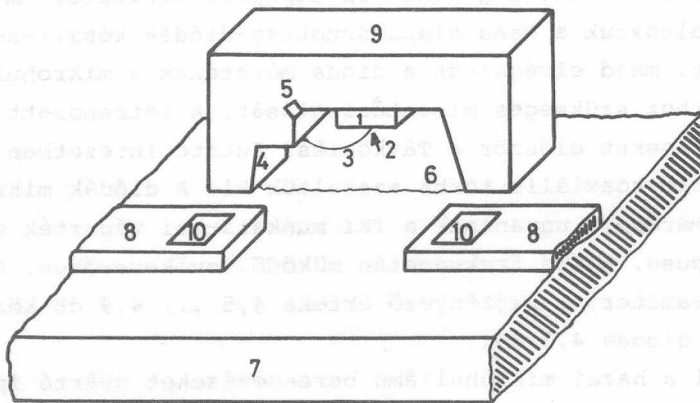
Szentpáli Béla

Tichy-Rács Ádám

A korábbi években a Kohó- és Gépipari Minisztérium megbízásából kidolgoztuk a GaAs alapú Schottky-diódák készítésének technológiáját, majd elvégeztük a dióda méretének a mikrohullámu alkalmazásokhoz szükséges miniatürizálását. A létrehozott kísérleti diódachipeket először a Távközlési Kutató Intézetben gyártott S4 típusjelű koaxiális tokba szereltük ki. A diódák mikrohullámu minősítő méréseit ugyancsak a TKI munkatársai végezték el, egy GTT-70 típusu, 6 GHz frekvencián működő vevőkeverőben. A legfontosabb paraméter, a zajtényező értéke 4,5 ... 4,9 dB között volt, a legjobb diódáé 4,3 dB.

Mivel a hazai mikrohullámu berendezéseket gyártó ipar a VI. ötéves terv során áttér a harmadik generációs készülékek gyártására, - amelyekben nagyszámu mikrohullámu integrált áramköri részegység lesz - a koaxiális tokozásu diódák felhasználása mellett fokozódni fog az igény az integrált áramkörökbe közvetlenül beszerelhető eszközökre. Ezért intézetünkben kifejlesztettük a kerámia tartós /ugynevezett LID - Leadless Inverted Device/ kiszerezést is. A szerelvény rajza az 1. ábrán látható. Az előállítás-hoz három intézet - a TKI, a Híradástechnikai Ipari Kutató Intézet és az MFKI - technológiai lehetőségeit használtuk ki. A diódák beültetése, a kiszerezés, a mügyantával való kiöntés, valamint az egyenáramu minősítő mérések az MFKI-ban történtek. Néhány kerámia tartós dióda fényképe látható a 2. ábrán.

Az első száz kerámia tartós Schottky-diódát jelenleg a TKI, a Finommechanikai Vállalat és az ORION gyártmányfejlesztési szakemberei vizsgálják mikrohullámu áramköri alkalmazás szempontjából. Az első mérések kedvező adatokat mutatnak.



1. ábra: Kerámia tartós Schottky-dióda rajza

Jelölések:

1. dióda chip,
2. forraszanyag
3. az aktiv kontaktushoz termokomprimált aranyzál
4. aranybevonat a kerámia idomon
5. az aranybevonat megszakítása az anód- és katódkivezetések izolálása céljából
6. a diódát védő műgyanta kiöntés
7. a mikrohullámu integrált áramkör kerámia hordozója
8. az integrált áramkört alkotó fémzés
9. a LID tok kerámia idomja
10. forrasztó-, vagy villamos vezető ragasztóanyag az eszköz beültetéséhez

A kifejlesztett diódák főbb paraméterei:

Zajtényező < 5 dB

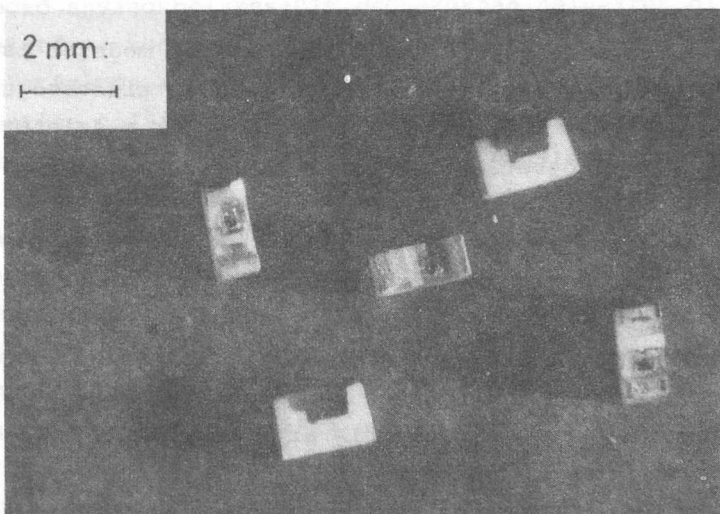
Soros ellenállás < 5 ohm

Rétegapacitás kb. 0,1 pF

Tokkapacitás kb. 0,1 pF

Idealitási faktor 1,10 1,20

Letörési feszültség > 3 V



2. ábra: Néhány kerámia tartós Schottky-dióda fényképe. A fénykép mellé rajzolt skála érzékelteti a méreteket.

FÉLVEZETŐ TISZTASÁGU GaAs SZINTÉZISE HAZAI TISZTÍTOTT GALLIUM FELHASZNÁLÁSÁVAL

Görög Tamás

Lendvay Ödön

Hazánk aluminiumiparában a timföld előállítása mellett lehetőség van gallium kinyerésére is, bauxitjaink ugyanis viszonylag nagy mennyiségű galliumot tartalmaznak. A gallium kinyerése üzemi körülmények között már korábban megindult Ajkán. A jelenleg alkalmazott ipari, elektrokémiai és zónázó eljárások lehetővé teszik a félvezetők szintéziséhez szükséges tisztaságu gallium kinyerését is. Az alábbiakban ismertetjük, hogy a hazai, tisztított gallium hogyan alakítható át nagy értékű félvezető anyaggá.

$A^{III}B^V$ egykristályok előállítására számos módszer ismert. Kiindulhatunk szintetizált, tömör és nagy tisztaságu félvezető anyagból, vagy egykristályt növeszthetünk a szintézissel egyidejűleg, vagy közvetlenül a szintézis után a rendszer megbontása nélkül.

A két legfontosabb anyag, vagyis a GaP és a GaAs esetében az olvadáspontok és a gőznyomások erős eltérése miatt különböző előállítási és kristálynövesztési technológiákat kell követnünk. Szintézisnél mindkét esetben a fázisdiagram gallium oldaláról kell kiindulni, ha a nagy nyomásokat el akarjuk kerülni, ilyen rendszerek felett ugyanis az V. oszlop elemének gőznyomása alacsony.

GaAs esetében a horizontális módszerek terjedtek el, elsősorban a direkt szintézis /arzénnel való telítés/ és az ezt követő Bridgman-huzás vagy az ún. TSM, illetve THM /travelling solvent, illetve heater method/ módszer.

Az Intézetben a nagytisztaságu GaAs öntecsek előállítására szolgáló berendezésben is a Bridgman-eljárás képezi bizonyos módosításokkal a technológia alapját.

Lényeges eltérés az általunk alkalmazott berendezésben a szokásos technikával szemben, hogy a zárt rendszer kétfázisú.

A reaktortérnek azt a részét, amelyben a gallium komponens helyezkedik el nagyfrekvenciás tér segítségével fűtjük, míg az arzén gőznyomásának beállítására pontosan szabályozott, ellenállásfűtésű kályha szolgál.

A kísérleteket abból a célból végeztük, hogy megállapítsuk egyrészt azt, hogy az alapanyagokból /Spurenmetailwerk, Freiberg, NDK gyártmányú 6N As és Alutröszt FKI 6N Ga/ az általunk használt technikával milyen minőségű polikristályos GaAs állítható elő, másrészt azt, hogy a rendelkezésünkre álló segédanyagok hogyan befolyásolják a termék minőségét.

A kvarcanyagok Heraeus OFHC minőségűek voltak, ebből készült a reaktorcső és az arzént tartalmazó csónak. A galliumot különböző anyagokból készült csónakokban helyeztük el annak vizsgálatára, hogy melyik a legmegfelelőbb anyag a szintézis lefolytatásához a polikristályos anyag szennyezőtartalmának lecsökkentése céljából. Ennek megfelelően Ringdorf, NSZK, FK 556 típusú grafitot, Vitreous Carbon Ltd. gyártmányú üvegkarbon-csónakot és Heraeus OFHC minőségű kvarcot használtunk.

Az arzénforrást nitrogénöblítésű térben történő betöltéssel, a reaktorcsőben vákuumos oxidmentesítéssel vagy hidrogénöblítéssel tisztítottuk 450°C -on. A galliumforrást is nitrogénöblítésű térben töltöttük be és a hidrogénöblítésű reaktorcsőben 650°C hőmérsékleten való 3 órás izzitással oxidmentesítettük. Az előizbitás után a galliumforrást a szintézis hőmérsékletére / 1245°C / emelve további 3 órán át izzitottuk hidrogénben. A berendezést vákuumbiztos csatlakozásokkal és szerelvényekkel láttuk el, az átáramló hidrogén mennyiségét az előszakaszban /tisztítási műveletek/ tömegáramlás-mérőkkel és rotaméterekkel mértük. Mielőtt a szintézist megkezdtük, a rendszert lehűtöttük, a reaktorteret leszivtuk /a vákuum értéke 10^{-3} Pa/ és lezártuk a gázbevezetést, illetve a vákuumcsatlakozás leforrasztásával. Először a gallium forrás hőmérsékletét / 1250°C /, majd az arzénforrás hőmérsékletét / $650-640^{\circ}\text{C}$ / állítottuk be. A szintézis időtartama a betöltött gallium mennyiségétől függően 8-24 óra volt. A szintézis végén az irányított befagyasztás érdekében a GaAs olvadékot az arzénforrás

irányába áthúztuk a két zóna közötti gradiensen. A zónázás az indukciós fűtés és a huzómechanika megfelelő kialakítása miatt többször is megismételhető.

Az előkísérletek azt mutatták, hogy már a rövid szintézis-idők esetén is /kisebb gallium mennyiség esetén néhány 100 g / tömör, nem szivacsos GaAs ingotok nyerhetők. A viszonylag rövid szintézisidő a nagyfrekvenciás tér által létrehozott, intenzív keveredés következménye. Egyszeri áthúzás esetében 15 mm/óra utazási sebességnél /a teljes áthúzás ideje 8 óra/ a polikristályos tömb kristallitjainak átlagos mérete elérte a néhány mm^3 -es nagyságot.

Vizsgálataink azt mutatták, hogy mind a grafit, mind a kvarc kedvező szerkezeti anyag, mivel az NDK-s 6N minőségű arzen és a 6N minőségű ajkai gallium felhasználásával egyelőre magasan adalékolt $/10^{17}\text{-}10^{18}\text{ töltéshordozó/cm}^3/$, de már félvezető célokra jól használható gallium-arzenidet sikerült előállítanunk.

MIKROHULLÁMU DOPPLER-MODUL FEJLESZTÉSE ÉS NÉHÁNY ALKALMAZÁSA

Mojzes Imre

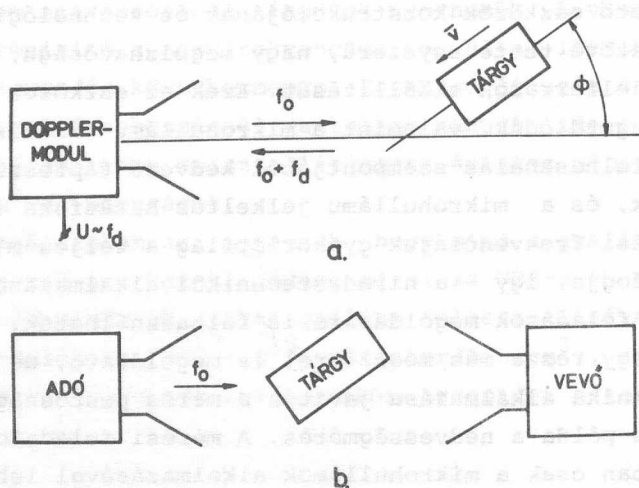
A félvezető eszközök konstrukciójának és technológiájának fejlődése lehetővé tette egyszerű, nagy megbízhatóságu, olcsó mikrohullámu jelforrások előállítását. Ezek az eszközök /a Gunn-IMPATT- és alagutdiódák, valamint a mikrohullámu tranzisztorok/ a gyakorlati felhasználás szempontjából kedvező tápfeszültségeket igényelnek, és a mikrohullámu jelkeltés határfoka is megfelelő. Működési frekvenciájuk gyakorlatilag a teljes mikrohullámu sávot átfogja, így - a híradástechnikai alkalmazások mellett - mérési feladatok megoldására is felhasználhatók. E mérési feladatok egy része más módszerrel is megoldható, de a mikrohullámu technika alkalmazása javítja a mérés pontosságát. Erre jellegzetes példa a nedvességmérés. A mérési feladatok másik csoportjában csak a mikrohullámok alkalmazásával lehet a feladatot megoldani. Erre jó példa a térbeli elmozdulás mérése.

A mikrohullámu félvezető eszközök jellegzetes teljesítményszintje általában 1-2 W alatt van, ez azonban a megfelelő minőségű detektorokkal és érzékelési módszerekkel a legtöbb mérési feladat megoldásához elegendő.

Ha egy mérési feladatot mikrohullámu módszerrel akarunk megoldani, akkor ehhez a fizikai jelenségek széles skálája kínálkozik. Ez a klasszikus hullámjelenségektől /Doppler-elv/ a jellegzetes szilárdtestfizikai effektusok /mágneses rezonancia/ felhasználásán át az abszorpcióig és a jel detektálásáig vagy a fázisának méréséig terjed. Az 1. ábra a gyakorlatban használt Doppler-elrendezést mutatja.

A rendszer kimenetén érzékelhető mennyiség - általában feszültségváltozás - arányos az eltolással, amely az f_0 vivőfrekvenciával, a tárgy v mozgási sebességével, a mozgás iránya és a sugár közti ϕ szöggel és a c fénysebességgel kifejezve

$$f_d = 2 v \left(\frac{f_o}{c} \right) \cos \phi$$

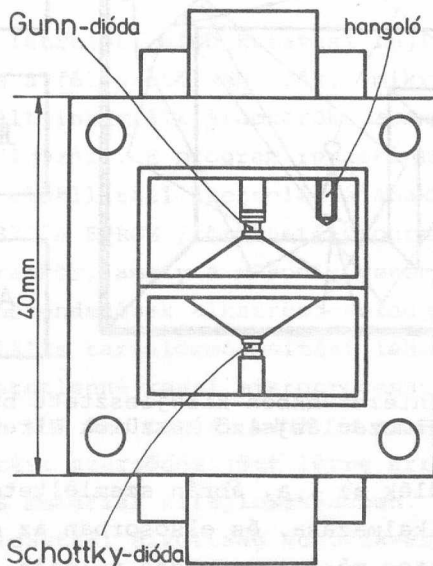


1. ábra: Mikrohullámu mérési elrendezések

A méréshez használt 10,525 GHz és 24,150 GHz vivőfrekvenciákon egy 100 km/h sebességgel mozgó jármű által okozott eltolás mértéke 2000, illetve 4000 Hz körüli érték, azaz a detektálás szempontjából a magasabb, a jelkeltés szempontjából pedig az alacsonyabb frekvencia kedvezőbb. Az 1.b. ábra a sugár megszakitásának, illetve az abszorpció elvének alkalmazását mutatja. A tárgy mozoghat szabad térrészben, de egy rezonátorban is, kiváltva ez utóbbi elhangolódását.

Az Intézetünkben folyó GaAs mikrohullámu kutató-fejlesztő munka eredményeképp kifejlesztett GaAs Gunn- és Schottky-dióda felhasználásával konstruált Doppler-modul vázlatos rajzát mutatja a 2. ábra. Az adó /Gunn-diódás oszcillátor/ és a vevő /rezonátorban levő GaAs Schottky-dióda/ egymás felett, közös

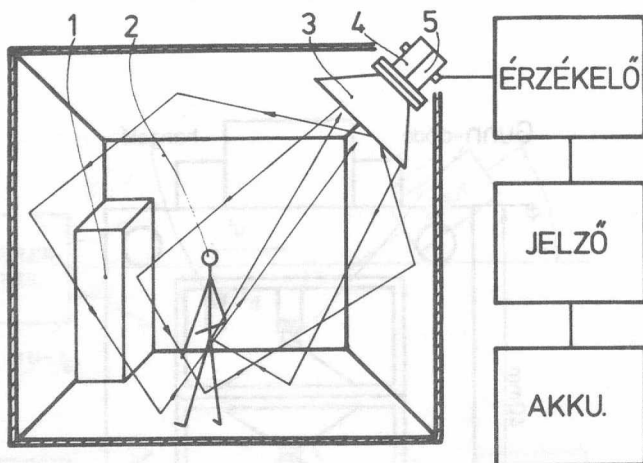
karimába foglalva helyezkedik el. Ehhez csatlakozik a célnak megfelelően kiképzett antenna.



2. ábra: Az Intézetünkben kifejlesztett
Doppler-modul vázlatos elrendezése

A 3. ábra az általunk kifejlesztett betörés- és elmozdulásjelző készülék elrendezését mutatja. A berendezés az 1979. évi tavaszi Budapesti Nemzetközi Vásáron kiállított, nagy közönségikert aratott készülék továbbfejlesztett változata. A védendő tárgy - a céltípusban egy páncélszekrény /1/ - illetéktelen személy /2/ által való megközelítése az antennán /3/ keresztül az adó /4/ által kibocsátott mikrohullámu tér megváltozását váltja ki. A tér változását a detektor /5/ feszültségváltozássá alakítja át, amely a kijelző működését in-

ditja meg. A készülék hálózatról és akkumulátorról egyaránt üzemeltethető.



3. ábra: Az Intézetünkben kifejlesztett betörés- és elmozdulásjelző készülék elrendezése

A fenti készülék az 1.a. ábrán szemléltetett elrendezés egyik gyakorlati alkalmazása, és elsősorban az elmozdulás érzékelésével kapcsolatos mérési megoldás példája.

A készülék alkalmazásáról több intézménnyel folynak tárgyalások. Természetesen lehetőség van más, az egyes speciális igényekhez alkalmazkodó mérési elrendezések kialakítására is.

Az anyagparamétereket és méreteket leggyakrabban az 1.b. ábrán közölt elrendezésben mérik. Ilyen feladat pl. egy adott termék nedvesség-, vagy szárazanyag-tartalmának, egy folyamat /például vulkanizálás, gyümölcserés, beton keveredés vagy megkötés/ befejezettségének, vagy egy huzott anyag méretváltozásának meghatározása.

E feladatok megoldásában természetesen más-más frekvenciát, teljesítményszintet és mérőfej elrendezést kell alkalmazni. A mérések kivitelezéséhez megfelelő kalibrációs adatokra van szükség. Az egyes mérő és érzékelő készülékek kivitelezése az érzékelő által adott jel feldolgozási módjától függően, a felhasználói igényeknek megfelelően történik.

FAMOS TIPUSU MEMÓRIA KIFEJLESZTÉSE

Lőrinczy András

Ponomarenko Jurij

Heksch Ferenc⁺

A hazánkban létrejött első kutatási-fejlesztési társulás /KFT/ célkitűzése a félvezető memóriák, mikroprocesszorok és berendezésorientált integrált áramkörök laboratóriumi alaptechnológiájának kidolgozása. E program részeként a HIKI-re hárult a FAMOS memóriák előállítási technológiájának kifejlesztése. Az első céltípus a 8702A EPROM /törölhető-programozható "csak olvasó" memória/ áramkör, amely a második generációs mikroprocesszorra épülő berendezések alkatrészcsaládjának tagja /ld. az adatlapot/. Speciális tartalommodosítási lehetősége, nagy kapacitása nélkülözhetetlenné teszi mikroprocesszoros rendszerek fejlesztésében. A KFT két tagja, a HIKI és az MFKI között 1976-ban kutatási-fejlesztési szerződés jött létre arról, hogy a MFKI résztvesz a FAMOS memóriák kifejlesztésében. A munka az Országos Műszaki Fejlesztési Bizottság megbízásából és annak támogatásával történik.

A FAMOS EPROM eszközök kifejlesztésének bázisa a HIKI p csatornás SG MOS technológiája volt, amely néhány módosítást igényelt. Az együttműködésünk lényege az volt, hogy az MFKI a HIKI-ben készült tesztminták minden egyes csoportjára megvizsgálta az alapvető működési folyamatokat, és az eredmények értékelése alapján a HIKI megfelelő módon változtatta az egyes technológiai lépéseket.

Ez idő alatt a tesztstrukturák több típusával dolgoztunk. Egyszerű lebegő kapus tranzisztoron a töltés beírását, tárolását, törlését és ezek kapcsolatát vizsgáltuk olyan geometriai jellemzőkkel, mint a csatornaméret, a diffúziós tartományok mélysége és az oxid vastagsága. Később a szabványos ge-

⁺Hiradástechnikai Ipari Kutató Intézet

ometriájú alapcellán már a címzett és tiltott állapot beirhatóságát vizsgáltuk. 1978 végére megtaláltuk az EPROM kialakítására alkalmas technológiai változatot, 1979-ben pedig a 64 bites EPROMTESZT és a 2048 bites céltípus mintapéldányai is elkészültek. A HIKI által gyártott 8702A típusu EPROM eszközök minden szempontból megfelelnek a nemzetközi szabványnak és az adattárolási jellemzőjük igen jó. Jelenleg a kifejlesztett eszközök minősítési rendszerével foglalkozunk, valamint vizsgáljuk az n csatornás EPROM megvalósítási módozatait.

1978 októberében "FAMOS típusu memória fejlesztésének néhány kérdése" címmel közös előadást tartottunk a Drezdai "Mikroelektronikai alkatrészek" konferencián, amelyet később írásban is publikáltunk¹.

A fent említett vizsgálataink mellett a FAMOS tranzisztor működésével kapcsolatos fizikai jelenségeket is részletesen tanulmányoztuk, többek között a p-n átmenet lavina letörését és a forró elektronoknak a SiO_2 rétegen keresztül történő injekcióját, továbbá az ultraibolya-sugárzás hatását a MOS rendszerekre /vagyis az általa okozott elektromos és strukturális változásokat/. E vizsgálatok eredményei jelentősen segítették az észlelt működési hibák megértését. A beirási folyamat részletes modelljét dolgoztuk ki és erről a HIKI kutatói számára 1979-ben előadást tartottunk.

Az LSI-KFT keretében a HIKI-MFKI kutatók között kialakult jó szakmai és munkakapcsolat, amelynek nagy szerepe volt a feladatok eredményes megoldásában, bizonyította e kutatási forma hatékonyságát.

1. F.Heksch, A.Lőrinczy und J. Ponomarenko, Nachrichtentechnik Elektronik 29, 248 /1979/.

ADATLAP

Általános ismertetés

A 8702A 2048 bites /256 8 bites szó/ EPROM áramkör, működése a FAMOS elven alapul /Floating gate Avalanche injection MOS/. A beírás elektromos impulzussorozattal történik, amelynek hatására a lebegő kapuval rendelkező MOS tranzisztor egyik p-n átmenetének lavinaletörése és a forró elektronok képződése jön létre; a forró elektronok feltöltik a lebegő kaput és a MOS tranzisztor vezető állapotba kerül. A beírt töltés törlése 253,7 nm hullámhosszu ultraibolya fénnel történik.

Főbb jellemzők

- UV fénnel törölhető és újraprogramozható
- hozzáférési idő $t_A \leq 1 \mu s$
- p-csatornás Si gate MOS technológia
- statikus működés - órajel nem szükséges
- TTL kompatibilitás
- áramkörkiválasztó \overline{CS} / bemenet

Tipikus alkalmazások

- mikroprocesszoros rendszerek
- mikroprogramtárak
- kódkonverzió
- egyéb memóriarendszerek

Határadatok

Környezeti hőmérséklet /üzem közben/	0°C 70°C
Tárolási hőmérséklet	-65°C +125°C
Teljesítménydisszipáció	2 W
Törlőfény integrált dózisa	6 W.s/cm ²

TÖLTÉSCSATOLÁSU TOLÓTÁROLÓK ÉS SZÜRŐK

KIFEJLESZTÉSE

Biró Sándor

Forgács Gábor

Németh Tiborné

Továbbfejlesztve az elmúlt években kidolgozott technológiát^{1,2}, az OMFB megbízásából 1979-ben olyan 32 bites kísérleti töltéscsatoláсу eszközöket /CCD tolótárolókat/ készítettünk, amelyek már alkalmasak analóg szűrőkben történő felhasználásra.

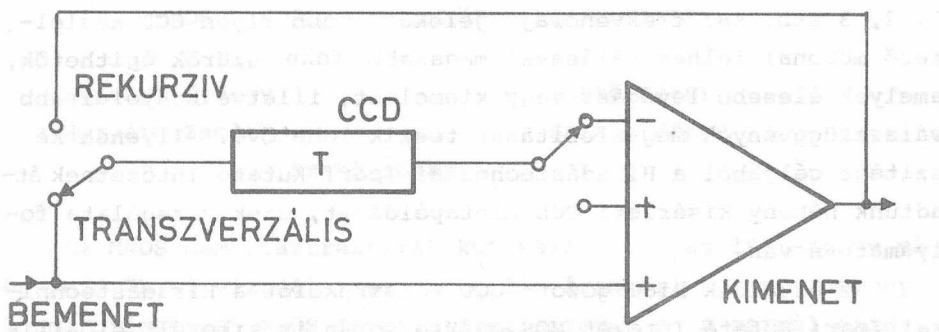
Az ilyen tolótárolók, illetve a belőlük kialakított szűrők a jeltechnikában számos területen alkalmazhatók, mint pl. analóg jelek időskálájának összenyomására és széthúzására, adott frekvenciájú jelek kiszűrésére vagy kiemelésére, mesterséges visszhangosításra, TV-készülékekben a szellemkép elnyomására és a színjelek visszaállítására, stb.

Az általunk készített p csatornás eszközök 15 kHz és 2 MHz közötti órajelfrekvenciával működtethetők, így a frekvenciától függően max. 1 MHz-es jelek 16 μ s-tól 2 ms-ig terjedő késleltetésére használhatók. Segítségükkel 1979-ben kísérletképpen elsőfoku transzverzális és rekurzív szűrőt építettünk, amelynek bloksémája az 1. ábrán látható.

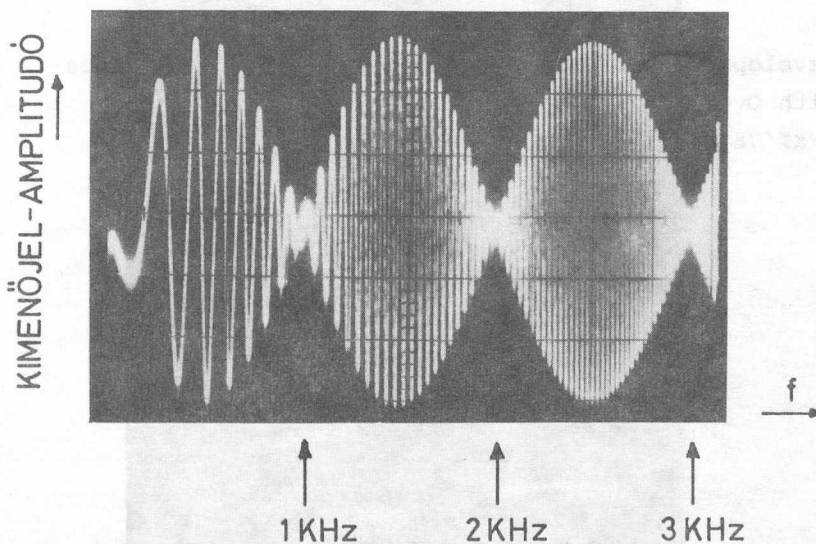
A szűrő rekurzív üzemmódban a direkt és a CCD-n késleltetett jelek egymásból való kivonásával az $f_1 = (2k+1)/2T$, összeadásával pedig az $f_2 = k/T$ frekvenciájú jelek kiemelésére használható. Transzverzális üzemmódban viszont e frekvenciák elnyomhatók /az f_1 összeadással, az f_2 pedig kivonással/. Itt $k=0, 1, 2, \dots$; $T = \frac{M}{f_c}$, ahol f_c az órajelek frekvenciája, M pedig a késleltető fokozatok száma. Esetünkben $M=32$.

A megvalósított szűrő működését transzverzális üzemmódban a 2. ábra illusztrálja, ahol a kimenő jelet a jelfrekvencia függvényében vettük fel $f_c=32$ kHz és negatív összegzés mellett.

Itt a bemenő jelet 3 Hz és 3,15 kHz között futtattuk /vizszintes tengely/, és a fentieknek megfelelően a szűrő levágja az



1. ábra: Elsőrendű CCD-s szűrő



2. ábra: A szűrő kimenetén megjelenő jel a bemenő jel frekvenciájának függvényében

1, 2, 3 stb. kHz frekvenciájú jeleket. Több ilyen CCD késleltető művonal felhasználásával magasabb foku szűrők építhetők, amelyek élesebb levágást vagy kiemelést, illetve bonyolultabb válaszfüggvények megvalósítását teszik lehetővé. Ilyenek készítése céljából a Híradástechnikai Ipari Kutató Intézetnek átadtunk néhány kísérleti CCD mintapéldányt, ezek vizsgálata folyamatban van.

Az általunk kidolgozott CCD konstrukciót a Híradástechnikai Ipari Kutató Intézet MOS gyártó során is sikerült előállítani, ami módot nyújt n csatornás, nagyobb elemszámu, illetve fokozottabb stabilitási követelményeknek is eleget tevő eszközök készítésére.

1. Töltéscsatolásu eszközök /CCD/ vizsgálata
MFKI'77 évkönyv, 109. oldal
2. Development and Characterization of CCD Delay Lines
with Overlapping Polysilicon and Aluminium Gates
MFKI'78 Yearbook, p.73.

MNOS TIPUSU UJ ÁRAMKÖRÖK FEJLESZTÉSE

Stubnya György

Tüttő Péter

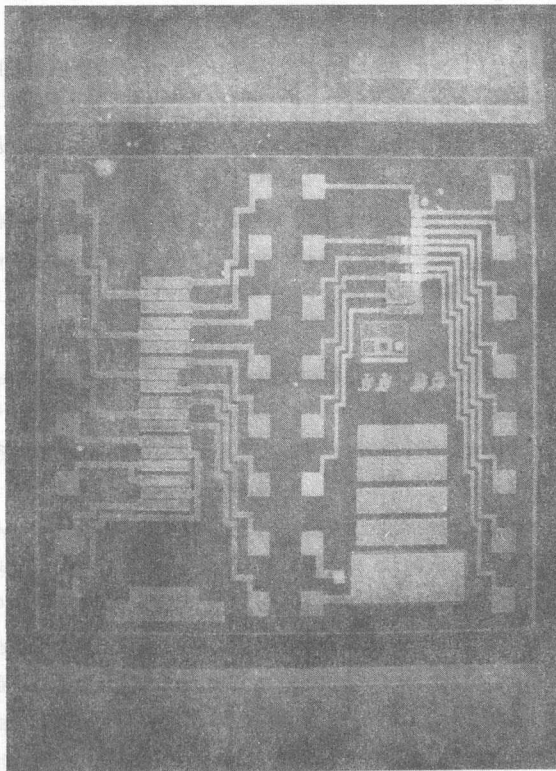
Horváth Zsolt

Balázs János

Szabó Róbert

Az MNOS memóriastrukturák kutatása során az 1978-as év végén kezdtük el vizsgálni az integrált áramkörü méretű, vékony /2 nm/ oxidrétegű MNOS memóriatranzisztorok és a normál oxidvastagságú /50 nm/ nem memória MNOS tranzisztorok együttes megvalósíthatóságát.

Az általunk vizsgált struktúra az ábrán látható:



A tranzisztorok minősítésére vizsgáltuk:

- a tranzisztorok transzfer karakterisztikáját;
- a nyitófeszültség un. memóriaablakát, amely azok beirhatóságát, illetve törölhetőségét jellemzi;
- a nyitófeszültség visszacsuszását /retencióját/, azaz a tárolóképességet;
- a memóriaműködés degradációját.

Az általunk kifejlesztett és beállított technológiával készült MNOS memóriatranzisztorok jellemző paraméterei:

- ± 25 V, 1 ms-os beíró-törlő impulzusok hatására a nyitófeszültség -3 V és -7 V értékeket vesz fel /ez 4 voltos memóriaablakot jelent/;
- A nyitófeszültség retenciójának tipikus értéke 0,2 V/íődékád /a visszacsuszás az idő logaritmusával arányos/;
- A retenció értéke 10^6 beíró-törlő ciklus hatására 50 %-kal lesz kisebb;
- A memóriatranzisztoroknál a Si-SiO₂ határfelület gyors felületi állapotainak 10^{12} cm⁻² eV⁻¹ értékű sűrűségével jellemezhető.

Az ugyanezen szeleteken kialakított nem memória MNOS tranzisztorok nyitófeszültsége kb. - 3,2 V és ennek a nyitófeszültségnek a fenti impulzusok hatására bekövetkező változása 10 mV.

A memória- és nemmemória-tranzisztorok paramétereire, kihozatalára és a technológia reprodukálhatóságára alapozva az 1979-es év folyamán a Híradástechnikai Ipari Kutató Intézettel együttműködve elkészítettük egy 64-bites teljesen dekódolt MNOS memória áramkör terveit, amelynek sikeres kivitelezése már megfelelő alapot jelenthet egy néhány kilobit kapacitású memória kidolgozásához. Az eszközkonstrukciós munkákkal párhuzamosan vizsgáltuk a memóriastruktúra technológiájának további optimalizálási lehetőségeit, ezen belül a hidrogénes hőkezelés, valamint a Si-H és N-H kötések szerepét a töltéstárolás mechanizmu-

sában. Vizsgáltuk továbbá az MNOS struktúrák memóriahiszterézisét, I-V karakterisztikáját, a struktúra belső töltéeloszlását és belső töltésmozgását, a Si-SiO₂ határfelület felületi állapotsűrűségét, valamint a rétegek marási viselkedését. Ezen vizsgálatokról két előadásban számoltunk be az év folyamán és több publikáció van előkészületben¹⁻⁴.

1. G.Stubnya, P. Tüttő, Zs.Horváth and M.Török: "Correlation between the Compositional and Electrical Properties of MNOS Structures"
International Autumn School on MIS Systems, Dobogókő
17-22, Sept. 1979.
2. Zs.Horváth, P.Tüttő, J.Balázs and A.Tóth: "Charge Injection and Trapping in MNOS Structures"
International Autumn School on MIS Systems, Dobogókő
17-22, Sept. 1979.
3. Zs.J.Horváth: "Memory hysteresis measurements on silicon oxynitride films"; to be published in Sol. St. Electronics /1980/.
4. Zs.J.Horváth, Gy.Stubnya and P.Tüttő: "Resistivity measurements on CVD Si₃N₄ films" /to be published/.

AKUSZTIKUS FELÜLETI HULLÁMOK TERJEDÉSÉN ALAPULÓ
KF-SZÜRŐK KIFEJLESZTÉSE SZINES TELEVIZIÓHOZ

Andrási Andorné

Püspöki Sándor

Beleznay Ferenc

Serényi Miklós

Az OMFB megbízásából 1977-ben kezdtük el azokat a kutatásokat, amelyeknek célja a színes televíziókészülékek közép-frekvenciás fokozatában alkalmazható akusztikus felületi hullámok terjedésén alapuló sávszűrők kifejlesztése volt¹. Ezek a kutatások 1979-ben eredményesen befejeződtek.

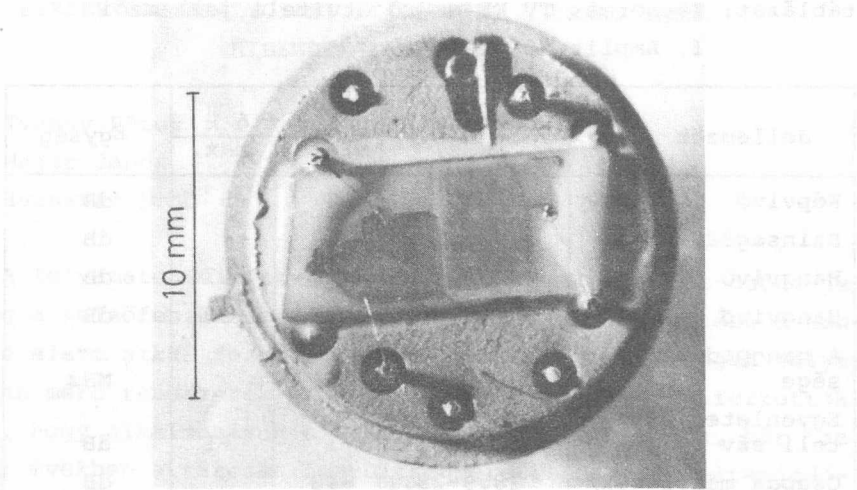
Munkánk során olyan számítási eljárást dolgoztunk ki nem-lineáris fáziskarakterisztikájú szűrőkonstrukció tervezésére, amely a szükséges aszimmetrikus amplitúdó-karakterisztika előállítását is biztosítja. E számítási eljárás segítségével megterveztük a szűrő fésűs elektródarendszerét, kidolgoztuk az előállítás technológiáját és elkészítettünk 50 mintapéldányt.

A szűrő alapanyaga egykristályos litium-niobát, amelyet az MTA Kristályfizikai Kutató Laboratóriumában állítottak elő. Az elkészített szűrők néhány példányát az Orion Rádió- és Vilámlamossági V. fejlesztési osztályán kipróbálták és minőségüket a külföldi mintákkal egyenértékűnek találták.

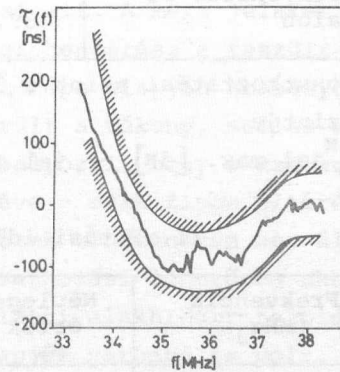
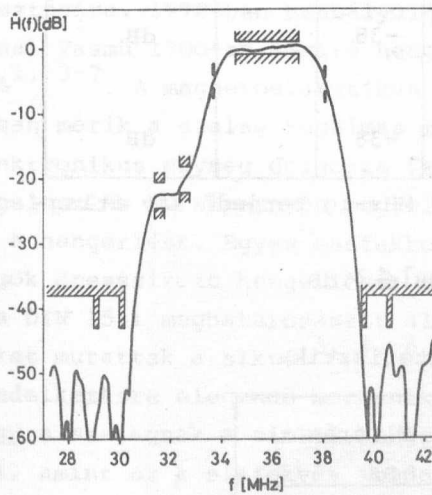
A szűrő egy kiserelt példányának képe a tok lezárása előtt az 1. ábrán látható. A mért amplitúdó- és futási idő-karakterisztikákat a toleranciákkal együtt a 2. ábra szemlélteti. A részletes átviteli jellemzőket az 1. táblázat tartalmazza.

A fejlesztési munkák záró szakaszában a K-7 célprogram keretében megkezdtek a kutatási-fejlesztési eredményeink átadását a Híradástechnikai Ipari Kutató Intézetnek, ahol a kísérleti gyártást előkészítik, valamint a végleges gyártási és minősítési eljárásokat kialakítják. Folyamatban van az egykristályos litium-niobát hazai gyártásához szükséges feltételek felmérése.

1. Püspöki S., Serényi M., Akusztoelektromos felületi hullám /AFH/ TV KF szűrők tervezése és megvalósítása
Alkatrészkonferencia, Szombathely, 1979. szeptember 24-26.



1. ábra: Egy kiszerezelt szűrő lezárás előtt



2. ábra: A szűrők mért jelleggörbéi a frekvencia függvényében

a. amplitúdókarakterisztika

b. futási idő karakterisztika

1. táblázat: Kétnormás TV KF szűrő átviteli jellemzői

I. Amplitudó átvitel

Jellemzők	Frekvencia [MHz]	É r t é k		Egység
		min.	max.	
Képvivő	38	-7	-5	dB
Szinsegédvivő	33,6	-6	-4	dB
Hangvivő CCIR	32,5	-23	-17	dB
Hangvivő OIRT	31,5	-26	-20	dB
A hangpad szélessége		0,4 ^x		MHz
Egyenletes átviteli sáv	34,5-37	-1	+1	dB
Csapda mélységek	28,9-29,1	-43		dB
	29,9-30,1	-43		dB
	39,4-39,6	-43		dB
	40,4-40,6	-43		dB
Elnyomás az alacsony frekvenciás oldalon	25-29,9	-38		dB
Enyomás a magas frekvenciás oldalon	39,6-45	-38		dB

Vonatkoztatási szint a 34,5-37 MHz-ig terjedő sáv átlagszintje.

^x jel max. [dB] - jel min. [dB] ≤ 4 dB

II. Futási idő karakterisztika

Frekvencia [MHz]	Névleges érték ns	Eltérés ns
33,6	+170	± 80
34,25	0	± 50
35	-75	± 50
36	-90	± 50
37	-53	± 50
38	0	± 50

SIKFEKVÉSSZABÁLYOZÁSI KISÉRLETEK A DUNAI VASMŰ

HIDEGHENGERMŰVÉBEN

Ivanov Péter

Gaál István

Major János

Gráner János

Hauszner Ernő⁺Zsámbok Dénes⁺

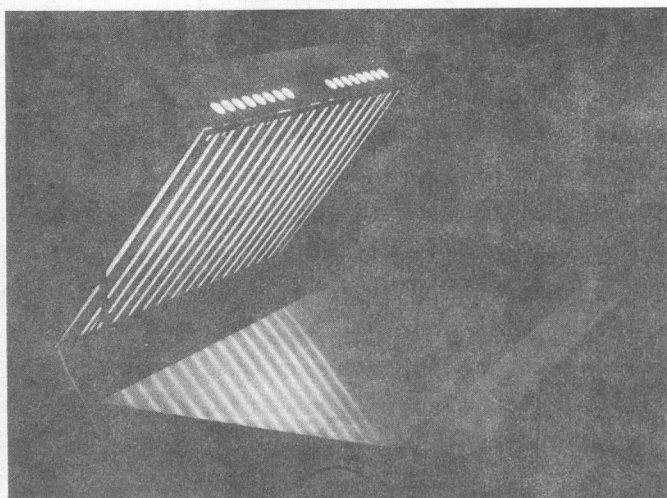
A folyamatos síkfekvésszabályozás egyetlen lehetősége jelenleg a belsőfeszültség eloszlásának folyamatos mérése a hengerlés alatt sikká feszített szalagokon. A feszültséget folyamatosan mérő rendszerek azonban ma még nem eléggé kiforrottak ahhoz, hogy alkalmazásuk általánossá válhatott volna, bár az utóbbi években a tárcsás feszültségmérő rendszerek elterjedésben vannak. Kereskedelmi forgalomban háromféle tárcsás feszültségmérő és egyetlen érintés nélküli feszültségmérő kapható²⁻⁴.

1976-ban a Dunai Vasmű megbízást adott Intézetünknek mágneses elven működő folyamatos feszültségmérő rendszer kifejlesztésére. 1978-ban szabályozó rendszerünket /MAGNIFESZ/ a Dunai Vasmű 1700-as simító hengersorán üzemi próbának vetettük alá^{1, 3-7}. A magnetoelasztikus mérőfejek üzem közben folyamatosan mérik a szalag rugalmas feszültségeit. A mért jeleket elektronikus egység dolgozza fel. Az előhengerész a feszültségeloszlás TV képernyőn megjelenített képe alapján szabályozza a hengerlést. Egyes esetekben sikerült a vékony, széles szalagok dresszirozó hengerlését úgy szabályozni, hogy a szalagok - a DIN 1541 meghatározásait alapul véve - csak finom eltéréseket mutattak a siktól^{3, 4, 8}. Az esetek többségében nem állt rendelkezésre elegendő mechanikai beavatkozási lehetőség ahhoz, hogy a szalagnak a simító hengerlés előtti alakhibáit feloldjuk, amint az a síkfekvés irodalma alapján várható is volt. A síkfekvés kérdése eredményesen csak az összes hengerlési lépés szabályozásával oldható meg; az ilyen irányú eredményeink 1981-re várhatók.

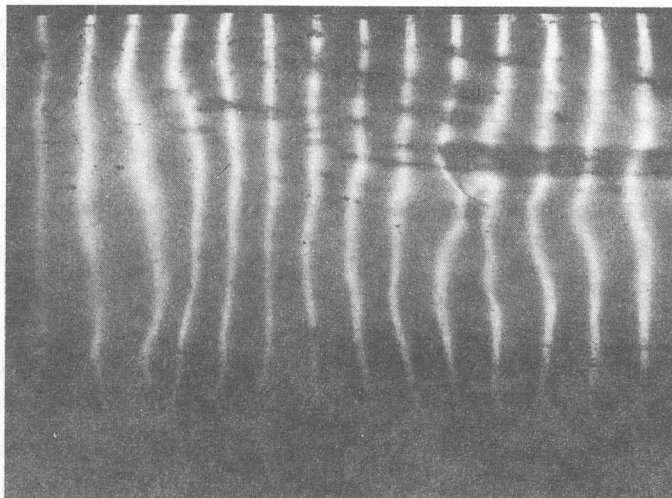
⁺Dunai Vasmű, Dunaujváros

A MAGNIFESZ helyes működéséről csak a látható és rejtett alakhibák részletes laboratóriumi vizsgálatával bizonyosodhatunk meg. Mivel a vékony, széles szalagokon terheletlen állapotban csak látható alakhibák lépnek fel, elsősorban az ezek vizsgálatához szükséges eszközöket kívántuk megteremteni.

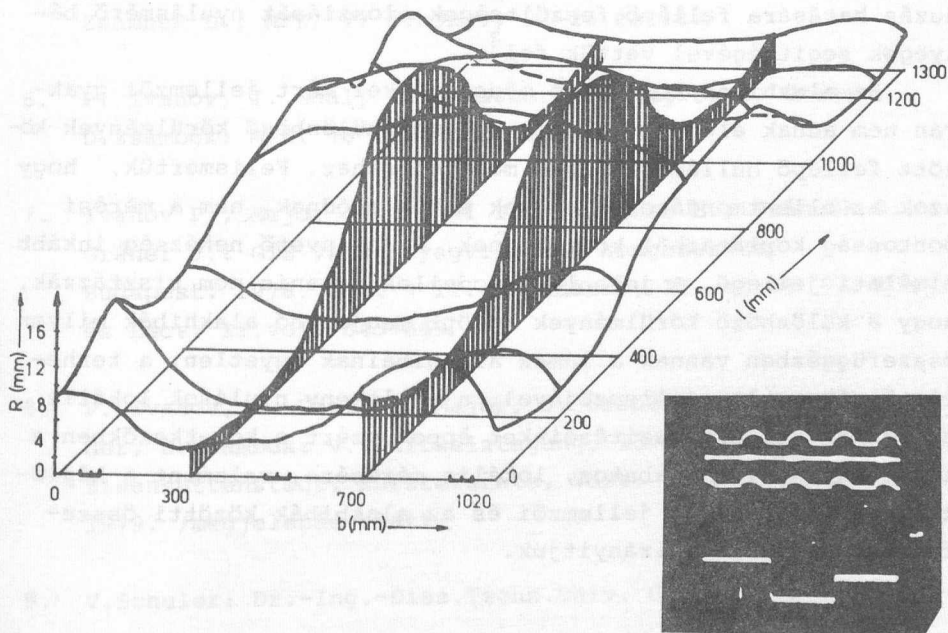
A sík asztalra helyezett finomlemezeknek a látható síkfekvési hiba szerinti válogatására a Schuler-féle tükrözési módszert⁹ vezettük be. A módszer lényege a következő: Ha párhuzamos vonalak tükörképét tükröző sík felületen nézzük /1. ábra/ akkor a perspektivikus torzításoktól eltekintve a tükörkép is párhuzamos egyenes vonalakból áll. Ha a tükröző felület inhomogén síkfekvési hibával terhelt, akkor a tükörképet görbe vonalak alkotják /2. ábra/. A referencia-vonalrendszer, a vizsgálandó lemez és a megfigyelési pont helyzeteinek összehangolásával elérhetjük azt, hogy a perspektivikus torzítások ne zavarják a megfigyelést /2. ábra/, és így a vizsgálandó lemez látható síkfekvési hibáit egy, a kereskedelmi gyakorlat számára alapvető, egyértelmű mérőszámmal tudjuk jellemezni.



1. ábra: A tükrözési módszer



2. ábra: Párhuzamos vonalak tükörképe egy középhullámos felületen



3. ábra: Az INDUKTEL konturkövető berendezéssel felvett középhullámos lemez képe. Az ábra alsó részén a MAGNIFESZ rendszer kijelző egysége által mutatott feszültségértékek láthatók.

A hibák eredetének felkutatásában a hibaalaknak az előbbiek-nél részletesebb elemzésére van szükség. Az ilyen igények ki-elégítésére a lemezek látható síkfekvési hibáiról az INDUKTEL két-dimenziós konturkövető berendezéssel gyors és megbízható ké-pet kapunk.

A MAGNIFESZ helyes működését vékony, széles szalagokon úgy ellenőrizhetjük, hogy az általa felvett szalaghuzási feszültség-eloszlás alapján, a síkfekvés elméletének felhasználásával, meg-határozzuk az alakhibák várható típusát és ezt a közvetlen meg-figyeléssel összevetjük. A 3. ábra jobb alsó sarkában látható szalaghuzási feszültségeloszlás alapján pl. középhullámos le-mezt kell várnunk, és a konturkövetéssel felvett lemezalak /3. ábra/ ezt a várakozást teljes mértékben igazolja is.

Mivel az alakhibák csak az eredeti szélességű lemezen vizsgálhatók, a feszültségek közvetlen mérésére feszítőpadot építettünk, amelyen 2 m x 1 m-es lemeztáblák vizsgálhatók. A huzás hatására fellépő feszültségek eloszlását nyulásmérő bé-lyegek segítségével vettük fel³.

Az alakhibák különböző módszerekkel mért jellemzői gyak-ran nem adnak elegendő alapot a lemez különböző körülmények kö-zött fellépő hullámosságának megítéléséhez. Felismertük, hogy azok az ellentmondások, amelyek ebből adódnak, nem a mérési pontosság korlátaiból következnek. Az alapvető nehézség inkább elméleti jellegű. A jelenlegi modellek ugyanis nem tisztázzák, hogy a különböző körülmények között megjelenő alakhibák milyen összefüggésben vannak a lemez alakhibáinak egyetlen, a terhe-léstől független jellemzőjével: a képlékeny nyulások lokális eloszlásával. Erőfeszítéseinket éppen ezért a következőkben a képlékeny nyulás szabatos, lokális mérésére, valamint a képlé-keny nyulás lokális jellemzői és az alakhibák közötti össze-függés feltárására irányítjuk.

1. Szolgálati Találmány, 2784-MA 1976, közzétéve: 1979 okt. 27., megadva: 1980. febr. 14.

2. Ivanov P., Gaál I., Major J., Zsámbók D., Kőhalmi K., Horváth T.: Finomlemezek sikkifekvése I-II rész.
Dunai Vasmű Műszaki és Gazdasági Közleményei, 1978.
No.1-3.1/25.
3. Ivanov P., Gaál I., Major J., Gráner J., Hauszner E., Zsámbók D., Kőhalmi K., Horváth T.: Finomlemezek sikkifekvése III. rész.
Dunai Vasmű Műszaki és Gazdasági Közleményei, 1980.
/megjelenés alatt/.
4. Ivanov P., Gaál I., Gráner J., Hanák J., Hauszner E., Zsámbók D., Kőhalmi K., Horváth T.: Finomlemezek sikkifekvéséről, BKL, Kohászat, 1980 /megjelenés alatt/
5. Gaál I., Gráner J., Hauszner E., Ivanov P., Major J., Zsámbók D., MFKI'77 évkönyv, 23-25 és 189.
6. P. Ivanov, I. Gaal, E. Hauszner, J. Major, J. Graner, D.Zsámbók: MFKI'78 Yearbook, 44-45.
7. Ivanov P., Major J., Gaál I., Hauszner E., Zsámbók D., Gráner J.: GTE VII. Anyagvizsgáló kongresszus, Budapest, 1978. okt. 9-12. Előadások, II. kötet 973-977. és Lect. II.vol. 845-849.
8. P. Ivanov, I. Gaal, J. Major, J. Graner, J.Hanak, E.Hauszner, D.Zsambok: V. Kaltwalztagung, 13-15. Juni. 1979. Eisenhüttenstadt, Kurzreferate, Vort. 12, és Neue Hütte 1979. /megjelenés alatt/.
9. V.Schuler: Dr.-Ing.-Diss.Techn.Univ. Clausthal, 1970.

OXIGÉN AKTIVITÁS MÉRÉSE ACÉLOLVADÉKOKBAN

Salamon András
Reisinger György

Major János
Bartha László

Az acéolvadékokban, ZrO_2 /szilárd elektrolit két oldalán/ kialakított, oxigén koncentráció különbséget mérő galvánelem elektromotoros ereje a fémolvadék oxigén aktivitásával arányos. A szabad oxigén koncentrációja az olvadék hőmérsékletének ismeretében az elektromotoros erőből kiszámítható.

Az acélgyártásban gyakrabban alkalmazott, egyszeri használatra készült oxigén szondák elvi felépítését korábban már ismertettük¹.

Intézetünk három különböző, az európai piacon forgalmazott szondatípust szerzett be, s ezekkel a Dunai Vasműben végzett oxigén koncentráció méréseket. Az elektromotoros erőt kezdetben saját felépítésű, ideiglenes összeállítású műszer-csoporttal mértük, és a koncentrációt nomogramok segítségével számoltuk. Későbbiekben célműszert szereztünk be, amely a mérési eredményeket $^{\circ}C$ és mV egységben, az oxigén koncentrációt pedig ppm-ben jelzi ki, továbbá vezérli a mérés mechanikus műveleteit. A különböző felépítésű szondák alkalmazásához a műszerben az adott PROM /programozott csak kiolvasható memória/ egységet kell cserélni.

Összehasonlító vizsgálataink szerint a három fajta szonda között alapvető minőségi különbség nincsen. Néhány gyakorlati előny, mint pl. kisebb súly, fröcskölésmentes bemelegítés, stb. az OXYTIP szonda javára szólnak. A különböző fajta szondákkal azonos típusú /de nem azonos adagu/ acélmintákban mért szabad oxigén koncentráció értékek egymáshoz képest és az oxigén összkoncentrációhoz képest eltéréseket mutattak. Valószínű, hogy ez az eltérés a szondák mérési eredményeit kiértékelő képlet hibájából adódik, amely a rendelkezésre álló termokémiai adatok bizonytalanságára vezethető vissza. Ez a tény azonban nem

lehet akadálya annak, hogy az aktiv oxigén szondás mérését iparilag bevezessék. Ennek az a feltétele, hogy egy iparágon belül csak azonos típusú szondát rendszeresítsenek és a beállítandó paramétereket tapasztalatai uton határozzák meg.

A szonda bemelegítése a salakrétegen át az acélolvadékba a mérés egyik legkényesebb pontja. A reprodukálhatóság érdekében a bemelegítést gépi uton célszerű végezni. Terveztünk és építettünk egy szondabemelegítő darut és egy kapcsolórendszert. Utóbbi az oxigén mérő célműszer által vezérelt és kézi vezérlésű mérést egyaránt lehetővé teszi, és egyben az ipari jelzőrendszert /fény- és hangjelzést/ szabályozza

A szabadalmaztatásra bejelentett² szondabemelegítő berendezés jelenleg próbaüzemelés alatt áll.

Ugyanazon acélolvadéknál nagy eltérés van a neutronaktivációs analízis és a szondás mérés alapján meghatározott oxigén tartalmak között. /I.táblázat/ A neutrongenerátoros módszer megkülönböztetés nélkül a teljes oxigén tartalmat, mind az aktiv mind a zárványban vagy más módon lekötött oxigént, míg a szondás mérés csak a kémiaiilag aktiv oxigént méri, vagyis csak azt, amelynek ismerete az acél technológiájában a legfontosabb.

A közel száz üzemi mérés közül az alábbi méréssorozat eredményét az üzemi analitika eredményeivel összevetve közöljük.

1. Major J., Bartha L., Salamon A.: Az acélolvadékokban oldott oxigén koncentrációjának meghatározása elektromotoros erő mérésével.

MFKI'77 Évkönyv, p.26

2. Reisinger Gy., Major J.: Berendezés detektorok, mérőszondák ipari fémolvadékokba történő bemelegítésére. MA 3244

Bejelentés napja: 1979. XI. 22.

Mérés időpontja és helye	Adag- szám, típus	Dunai Vasmű Labor mérése							Szondás mérés		Számított egyensúlyi aluminium [s.ppm]
		C	Mn	Si	S	P	Al	Összes oxigén [s.ppm] /neutr. akt./	T [°C]	oldott oxigén [s.ppm]	
		[súly %]					[s.ppm]				
1979. 07.11. az üstben argonozás előtt után	36929 x 42	0,1	1,1	0,3	0,02	0,02	80	170	1663	111	8
									1655	108	7
									1626	78	9
									1626	77	9
1979. 07.31. az üstben argonozás előtt után	15040 DAP St 52-3	0,2	1,0	0,4	0,02	0,02	230	270	1640	52	25
									1651	40	35
									1647	46	30
									1637	31	40
1979.08.09. az üstben argonozás előtt	15084 x 42	0,1	0,8	0,2	0,03	0,01	10	180	1640	109	7
									1643	119	7
									1643	108	7
1979.08.09. az üstben argonozás előtt után	46883 St 13	0,1	0,1	0,1	0,03	0,02	40	490	1632	130	5
									1636	120	6
									1627	116	5
									1627	126	4
									1617	103	5

I. táblázat: OXYTIP szondás méréssorozat és az üzemi analitikai eredmények összehasonlítása

A WOLFRAM FINOMHUZÁSÁHOZ KAPCSOLÓDÓ KUTATÁSOK

Gróh Rezső

Horacsek Ottóné

Nagy T. Attila

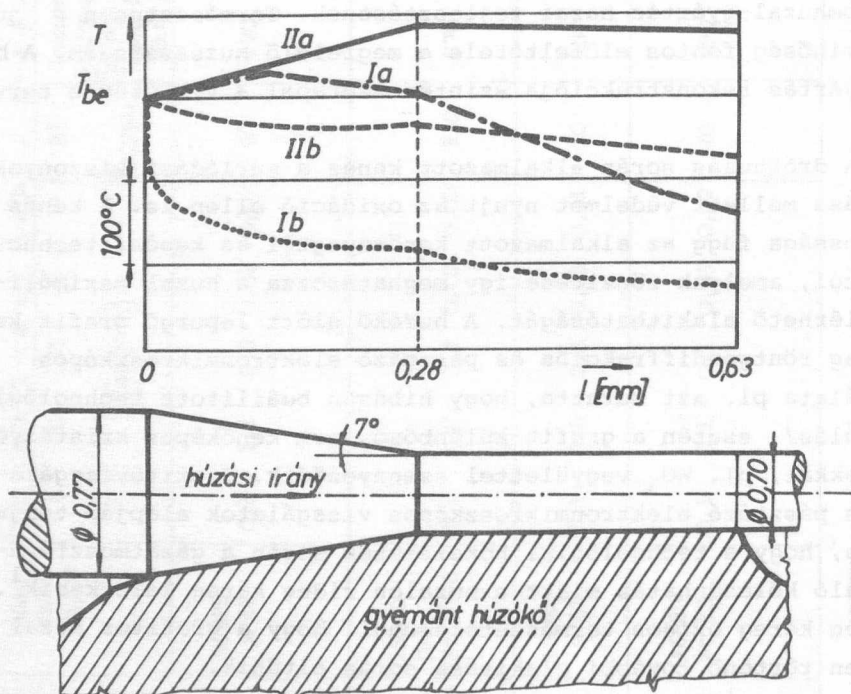
Varga László

Az izzólámpa-spirálok gyártása egyre gyorsabb automata gépeken történik. A spiralizálás rekonstrukciója maga után vonja a finomhuzal-gyártás korszerűsítését is, amelyet világszerte tudományos alapokon szerveztek meg. A huzal minőségét számos, egymással bonyolult kölcsönhatásban álló technológiai paraméter határozza meg. Lényegesnek tartjuk a belső oxidációt, amelynek visszaszorítására irányuló törekvés nemzetközileg is új vonása a finomhuzal-gyártás hazai fejlesztésének. Természetesen a jó huzalminőség fontos előfeltétele a megfelelő huzószerszám. A huzókőgyártás rekonstrukciója szintén szerepel a VI. ötéves tervben.

A dróthuzás során alkalmazott kenés a surlódási viszonyok javítása mellett védelmet nyújt az oxidáció ellen is. A kenés hatásossága függ az alkalmazott kenőanyagtól és kenési technológiától, amelyek rögzítése így meghatározza a huzal maximálisan elérhető alakíthatóságát. A huzókő előtt lepergő grafit kenőanyag röntgendiffrakciós és pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata pl. azt mutatta, hogy hibásan beállított technológia /benyulás/ esetén a grafit különböző, nem kenőképes kristályos fázisokkal, pl. WO_3 vegyülettel szennyeződik. Szakitóvizsgálatok és pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok alapján tudjuk azt is, hogy a technológiai hőkezelések során a gázatmoszférával való kölcsönhatás miatt a huzalon rideg kéreg keletkezik¹. A rideg kéreg oxidos természetére utal, hogy a grafitos huzal melegen történő további alakítása során eltűnik.

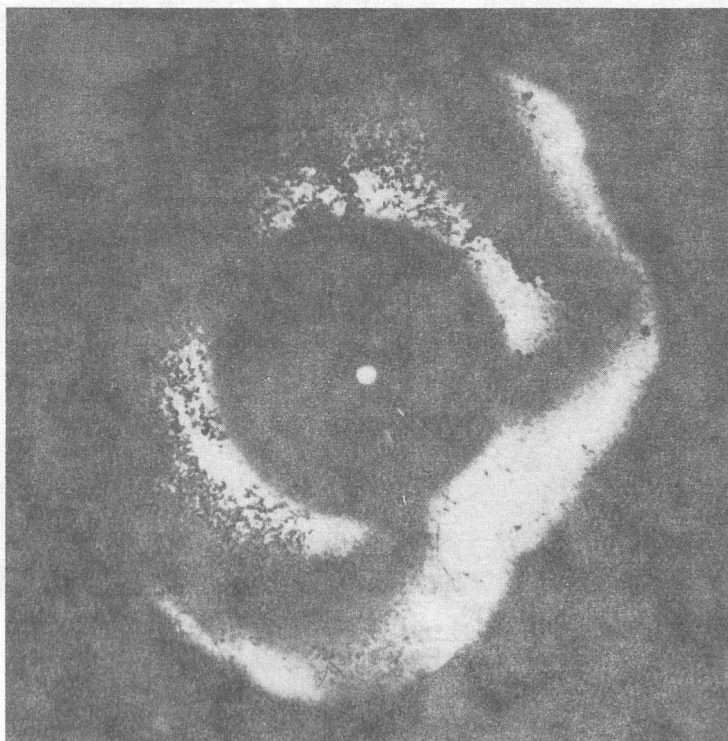
Az oxidációs folyamatok nem függetlenek a huzókőben kialakuló hőmérsékleti viszonyoktól². A huzal hőmérsékletét az alakításból és a surlódásból származó hő, valamint a kövön keresztül történő hőelvezetés határozza meg. A huzási sebesség növeléséhez a hőelvezetési viszonyok javítása és a surlódási munka csökkentése szükséges /mindkettő a kenéstől függ/. Az alakítási

munka csökkentését csak a hőmérséklet emelésével érhetjük el /ekkor ugyanis lágyabb a huzal/, ennek viszont határt szab az oxidáció. A huzal tengelyének és felületének hőmérsékleteloszlását mutatja az 1. ábra két különböző húzási sebesség esetén. Látható, hogy az azonos alakítási és surlódási munkabefektetés ellenére a 2 m/s húzási sebesség esetén a huzal középvezetékében nő, míg 0,5 m/s esetén csökken a hőmérséklet, mert a hőelvezetés szerepe megnőtt. Így csökken az utánnnyulás veszélye, mert a hidegebb huzal folyáshatára nagyobb. A hőmérsékleteloszlást befolyásolja a húzóprofilja is³ /beleértve a kő hibáit, a kopást és törést/.



1. ábra: Az alakított wolframhuzalban számított hőmérsékleteloszlás 0,5 m/s /I/ és 2 m/s /II/ húzási sebesség esetén a huzal középvezetékében /a/ és felületén /b/

Ebben az évben folytak először jelentősebb hazai technológiai kísérletek szinterelt polikristályos gyémánt huzókő alkalmazásával kapcsolatban. Ez az új típusu huzókő rendelkezik az egykristályos gyémánt jó tulajdonságaival, ugyanakkor sokkal egyenletesebben kopik /nem válik szögletessé/ és kevésbé törékeny, így nagysebességű huzógépekben előnyösen használható. Mindkét huzószerszám minőségét és élettartamát döntő mértékben befolyásolja azonban a huzókő foglalatja is. Minthogy dróthuzás során a huzócsatornában igen nagy feszültségek lépnek fel, a foglalat egyik fontos feladata, hogy megfelelő előfeszítést biztosítva megakadályozza a kő törését /2. ábra/.



2. ábra: Gyémánt huzókőről polarizált fényben, szobahőmérsékleten készült felvétel, amelynek segítségével a befoglalás következtében létrejövő feszültségi állapot vizsgálható /N = 40x/

A foglalat ezenkívül lényeges szerepet játszik a huzáskor keletkező hő elvezetésében is, ami a szilárdsági követelményeken túlmenően megfelelő hővezetési tulajdonságu anyag kiválasztását teszi szükségessé.

1. Varga László
Ridegtörésre vezető folyamatok a wolfram mechanikai technológiájában.
VII. Ritkafém Konferencia kiadványa /1979/ Budapest
197-202.old.
2. Nagy T. Attila
A huzókőben lejátszódó hőjelenségekről
Acta Techn. Hung. /közlésre elfogadva/.
3. Varga László, Boncók József, Vass István és Gerencsér Lajos
Az elektronikai ipar céljaira használatos gyémánt huzókövek szerkezetvizsgálata
Kandó Kálmán Vill. Ip. Műszaki Főiskola Tud. Ülésszakának kiadványa, Budapest /1979/ 94-95.

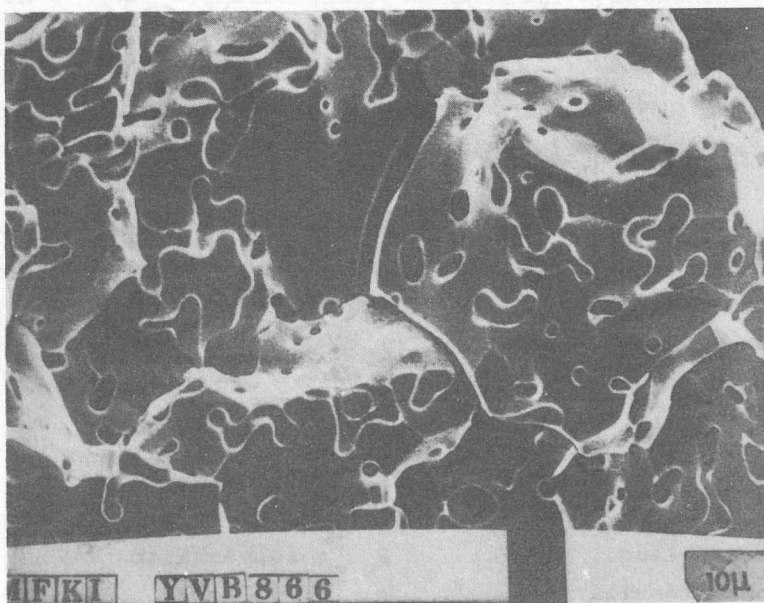
AZ OXIGÉN SZEREPE A MOLIBDÉN MECHANIKAI
TECHNOLÓGIÁJÁBAN

Varga József⁺

Bartha László

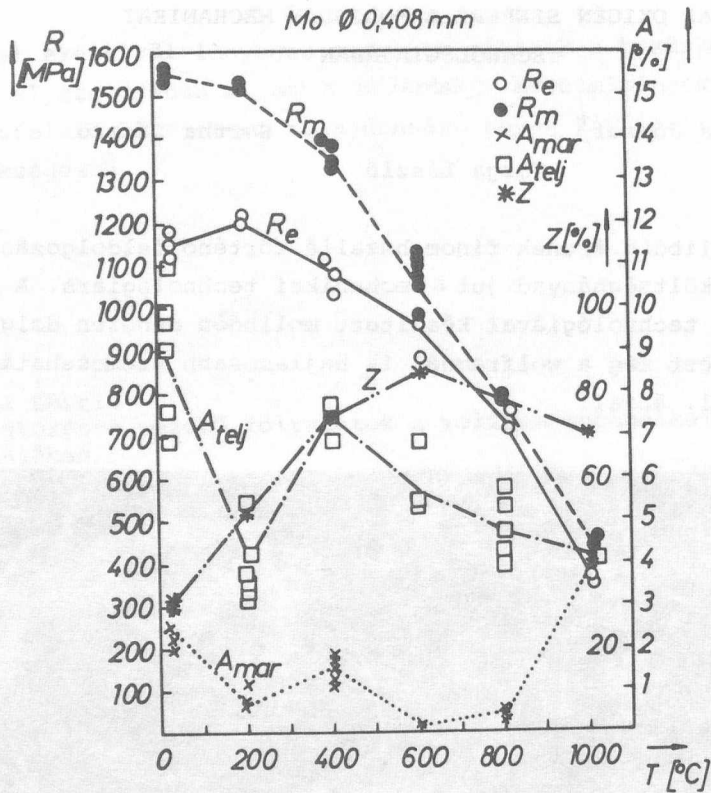
Varga László

A molibdén ércnek finom huzallá történő feldolgozásában jelentős költségnyomást jelent a mechanikai technológiára. A por-kohászati technológiával készített molibdén nehezen dolgozható fel, mert még a wolframnál is hajlamosabb szemcsehatár törésekre /1. ábra/.



1. ábra: Szinterelt molibdén rud töretének pásztázó elektronmikroszkópos felvétele

⁺Egyesült Izzólámpa és Vill.Rt.



2. ábra: A 0,408 mm átmérőjű molibdén huzal mechanikai tulajdonságainak változása a szakítási hőmérséklet függvényében

R : feszültség

R_e : folyáshatár

R_m : szakítószilárdság

A : nyulás

A_{mar} : maradó nyulás

A_{tejlj} : teljes nyulás

Z : kontrakció

T : szakítási hőmérséklet

A molibdén rideg-képlékeny átmeneti hőmérsékletét igen nagy mértékben befolyásolja az oxigéntartalma. Az oxigéntartalom csökkentésével a rideg-képlékeny átmenet hőmérséklete szobahőmérséklet alá csökkenthető, így lehetőség nyílik a molibdén szobahőmérséklet környékén történő alakítására.

Ha az alakítás magasabb hőmérsékleten történik, akkor a molibdént óvni kell az oxigén szennyezéstől, azaz kerülni kell a huzókő utáni benyulást, mert a benyult huzalon a kenőanyag szerepét is ellátó védőgrafit bevonat felrepedezik. Ha a huzás szobahőmérséklet körül történik, akkor viszont káros hosszanti repedések keletkeznek a huzalban. A benyulás elkerüléséhez és a huzás beállításához ismerni kell a mechanikai paraméterek hőmérsékletfüggését és azt, hogy a szilárdság milyen előnyös javulását lehet elérni a meleg huzalnak a huzókőben történő intenzív hűtésével. Egy kb. 0,4 mm átmérőjű molibdén huzal mechanikai tulajdonságainak hőmérsékletfüggését a 2. ábra mutatja.

Összefoglalva megállapítható, hogy a wolfram mechanikai technológiájában sok gondot okozó oxigén még fokozottabb veszélyt jelent a molibdén esetén. Az oxigén hatásának megismerését - tekintettel molibdén gyártástechnológiai fejlesztő munkánkra - a következő évek fontos feladatának tartjuk.

NAGYÉRZÉKENYSÉGŰ SPEKTROMÉTER FÉLVEZETŐK MÉLYNIVÓINAK VIZSGÁLATÁRA

Ferenczi György

Félvezető kristályok és a belőlük készült eszközök elektromos és optikai tulajdonságai megjósolhatók, ha ismerjük a tilos sávban levő megengedett energiaállapotokat, illetve ezek jellemzőit: koncentrációjukat, aktivációs energiájukat, befogási hatáskeresztmetszeteiket.

A mélynivók ismeretében a következő információkat kaphatjuk meg:

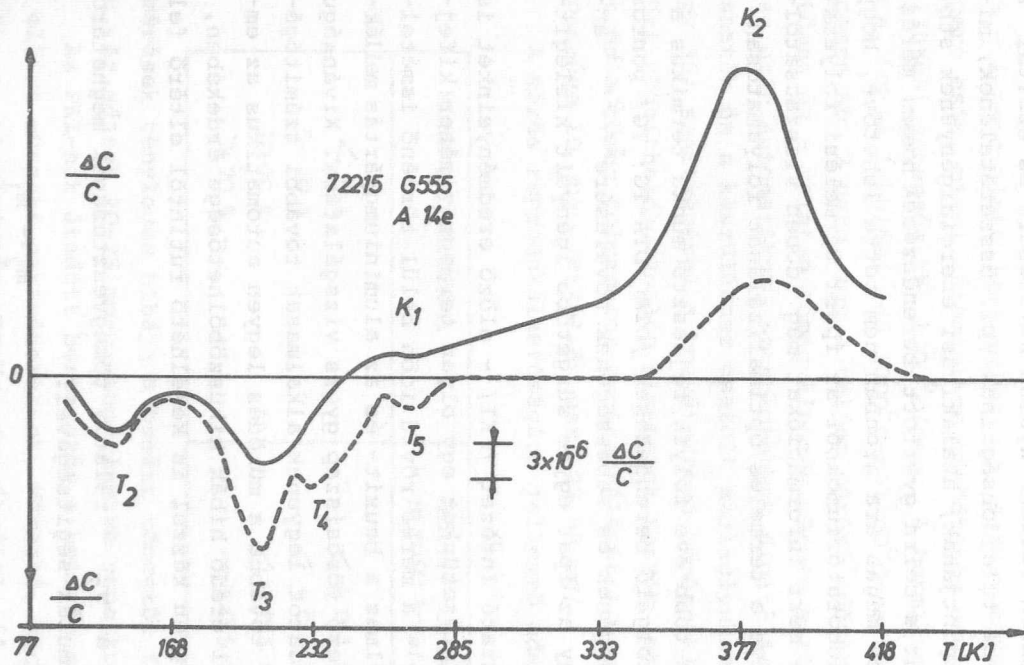
1. Előállítási technológia minősítése /pl. növesztési körülmények, diffúzió, felhasznált anyagok tisztasága stb./
2. Az eszközök megbízhatósága, adott működési körülmények között várható élettartamuk.
3. Az eszköz nagyfrekvenciás zaja, optoelektronikai eszköznél a kvantumhatásfok.

Mélynivók az eszközparamétereket még igen kis koncentrációban is jelentősen befolyásolhatják, ha a tilos sáv közepén helyezkednek el, vagy igen nagy töltéshordozó befogási hatáskeresztmetszettel rendelkeznek. Számításaink szerint olyan mérési módszer kívánatos, amely az adalékkoncentrációhoz viszonyítva hat nagyságrenddel kisebb koncentrációban jelenlevő szennyezések kimutatására is alkalmas.

Szokásos adalékkoncentrációk esetén ez a követelmény 10^{11} cm^{-3} koncentrációban jelenlevő szennyezések kimutatását jelentené. Az általunk kidolgozott módszer csak az elektromosan aktiv szennyezések vizsgálatára alkalmas, azonban érzékenysége az ismert analitikai eljárásokat több nagyságrenddel meghaladja.

A módszer lényege, hogy a mélynivókon nemegyensúlyi betöltöttséget hoz létre és detektálja a zavar állapot után az egyensúly felé törekvő rendszerből kiszabaduló töltéshordozókat.

A hőmérséklet függvényében a teljes tilos sáv letapogatható, a regisztrátumon megjelenő csucok a különböző mélynívóknak felelnek meg.



1. ábra: Jellegzetes mélynívó spektrum. A mérést GaP:N világító diódán végeztük. A pozitív csucok a tilossáv alsó felében, míg a negatív csucok a tilossáv felső felében levő állapotokat mutatják.

Németh Károly

Németh Tibor

Reisinger György

A laboratóriumi gyakorlatban elterjedten alkalmaznak termikus vizsgálati módszereket, amelyek alkalmasak az anyagok fizikai és kémiai átalakulásának nyomon követésére és ezáltal a vizsgált minta egyes tulajdonságainak /pl. összetételének, minőségének, olvadáspontjának, átalakítási energiaigényének stb./ meghatározására. Az e célra gyártott berendezések hosszú mérési ciklusideje és igen magas ára azonban nem tette lehetővé, hogy ezen módszerek a laboratóriumokból az ipari termelési folyamatba kerüljenek és a mért információkat még időben visszacsatolva vagy előrevezetve a termelés optimalizálását folyamatosan elősegítsék.

Intézetünkben több éve folyik fejlesztő munka termikus analízis céljára szolgáló berendezések /DTA; DTA-TG; TG/ pontosságának, érzékenységének és sebességének növelésére^{1, 2, 3} annak érdekében, hogy az ipar egyre sürgetőbb igényeit kielégíthessük.

A Fémipari Kutató Intézet /FKI/ - előző eredményeinket ismerve - megbizta Intézetünket egy olyan termograviméter kifejlesztésével, amely - a mérés rövid időn belül történő ismételhetőségével - alkalmas a bauxit- és az alumíniumgyártás melléktermékeként keletkező vörösiszap gyors vizsgálatára. Kívánságuk szerint a mérési adatok legyenek alkalmasak további számítógépes feldolgozásra, továbbá a működés legyen automatikus az emberi beavatkozásból eredő hibák kiküszöbölhetősége érdekében, de a berendezés legyen kézzel is kezelhető rutintól eltérő feladatokhoz.

A cél a v_1 és a v_2 relativ tömegveszteségek meghatározása az alábbi formulák segítségével:

$$v_1 = \frac{m_1 - m_0}{m_0} ;$$

$$v_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_1}$$

ahol m_0 , m_1 és m_2 rendre a mért tömegek a T_0 , T_1 és T_2 hőmérsékleteken.

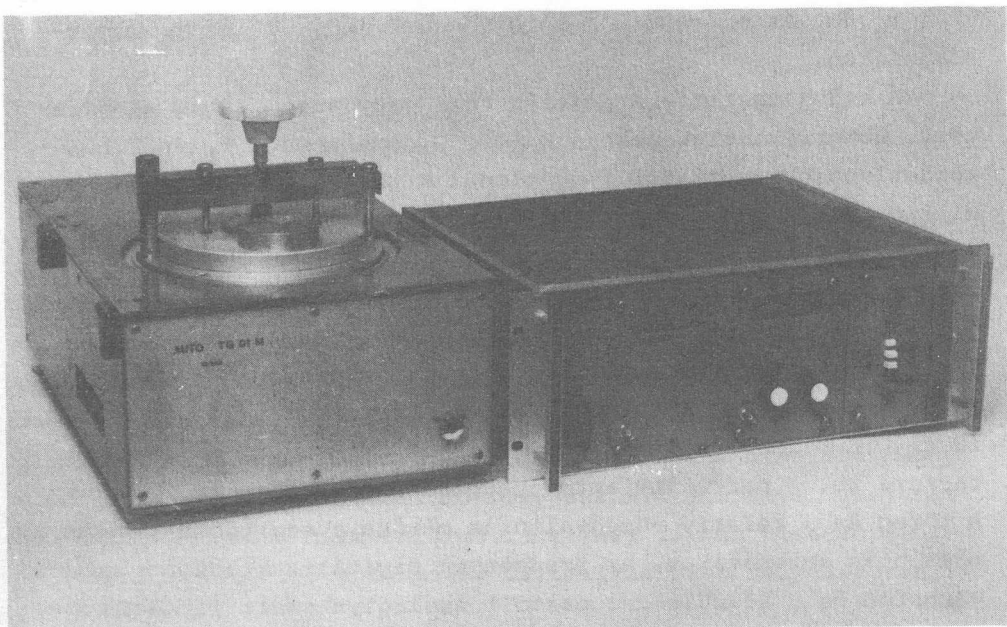
A kifejlesztett berendezés kézi vagy automatikus működtesű. Hőmérséklettartománya $0-1000^{\circ}\text{C}$, amelyben a T_1 és T_2 hőmérsékletlépcsők egymástól függetlenül a teljes tartományban beállíthatók. A mérés teljes időtartama kb. 6 perc. Ez abból adódik, hogy a hőntartás a T_1 és a T_2 hőmérsékleteken kb. 2,5-2,5 perc /a minták tulnyomó többségénél ugyanis a súlyállandóság 1,5 - 2 perc alatt bekövetkezik /, a felfűtésekre pedig kb. 1 perc esik, mivel automatikus működtetés esetén a szabályozott felfűtési sebesség kb. $1000^{\circ}\text{C}/\text{perc}$. A termikus időállandó kb. 10 s, így a lehülési idő 1000°C -ről 40°C -ra kb. 2 perc, a mintacsere kb. 2 perc, így a teljes mérési időtartam kb. 10 perc. A tömeg és a relatív tömegváltozás mérése a startgomb megnyomása után automatikus, az eredmények digitális kijelzőn leolvashatók és a készülékhez csatolt szalaglyukasztó /PERFORMOM 35 vagy 36/ segítségével a hozzátartozó hőmérsékleti adatokkal együtt rögzíthetők. Analóg kimenetek teszik lehetővé a hőmérséklet és a tömeg folyamatos regisztrálását. A tömegmérés felbontóképessége $10 \mu\text{g}$ /kijelzés max. 99,99 mg/.

A mérés reprodukálhatóságára jellemző adatok:

Minta súlyváltozása	Relatív pontosság / $m_0=100\%$ -ra/
$< 5\%$	$< \pm 0,1\%$
5- 10 %	$\leq \pm 0,2\%$
10-20 %	$\leq \pm 0,3\%$
$> 20\%$	$\sim \pm 0,5\%$

A mérések tényleges hibája a bemért tömegtől függően is változik. Az adatok 20-25 mg-os bemérésekre vonatkoznak.

Az FKI-nak átadott berendezés a bemérés során megfelelt az előírt műszaki paramétereknek. Várható, hogy az FKI javaslatára az alumíniumipar nyersanyagátvételi és technológiai méréseiben a berendezés ipari alkalmazásra talál.



Auto TG 01 berendezés fényképe

Hasonló mérési feladatok az ipar számos olyan területén is található /gyógyszeripar, vegyipar, ércfeldolgozás, műanyagipar, építőanyagipar, kerámiaipar, tüzelőanyagipar, talajkémia, oxidalapú fémtechnológiák stb./, ahol az ipari szakemberek a bevezetőben említett nehézségek miatt a termikus vizsgálati módszerek rutinszerű alkalmazására eddig nem is gondoltak.

A berendezések továbbfejlesztése és speciális feladatokra történő adaptálása folyamatban van.

1. Bartha L., Lénárt Cs., Nagy E., Németh K.: Eljárás és berendezés anyagok termikus analizisére . MA-2868.
Szabadalom bejelentve: 1977. 04.14.
2. Bartha L., Hajdu J. , Horváth B. , Kertész L. Lénárt Cs., Nagy E., Németh K., Németh T.: DTA berendezések fejlesztése MFKI'77 évkönyv, 28-29 o.
3. L.Bartha, Cs.Lénárt, K.Németh, T.Németh, E.Nagy: Development of Instruments for Differential Thermal Analysis MFKI'78 Yearbook p.30-31.

LINEÁRIS MŰKÖDÉSŰ MIKRODENZITOMÉTER LÉZER FÉNYFORRÁSSAL

Kozma László
Zimmer Károly⁺⁺

Heltai György⁺
Bartha László

Az emulziókon feketedés formájában rögzített mennyiségi információk számos /pl. spektrográfiai, röntgendiffrakciós, radiográfiai, csillagászati, stb./ mérőmódszer jellemzői. A mikrodenzitolméterek a feketedés mértékét a film kis felületein határozzák meg, s így feketedéseloszlás vizsgálatára is képesek.

A hagyományos mikrodenzitolméterek feketedésmérési tartománya viszonylag szűk, főképp az optikai rendszerben keletkező szórt fény miatt, és ez a mérésnek felső határt szab¹. Az optikai rendszerben keletkező szórt fény csökkentésével és megfelelő linearitású fénymérő rendszerrel a mérési tartományt az $S = 4$ feketedési értékig lehet kiterjeszteni².

Ezt a megnövelt tartományt azonban nem lehet teljesen kihasználni nagy kontrasztú, finom szerkezetű felvételek esetében, mivel a feketedési görbe egyenes szakasza jóval a méréshatár elérése előtt lehajlik. Ennek oka az, hogy a nagykontrasztú élekről és a megvilágított környezetből szórt fény jut a rendszerbe. Az emulzióból származó szórt fény intenzitása csökkenthető az előrés szűkítésével. Ez azonban csak egy határig lehetséges, mivel túl kis előrések esetén az optikai átvitel már nem lineáris és a vizuális megfigyelésre sincs mód.

Intézetünkben $S=4$ határig mérő, automatikus mikrodenzitolmétert fejlesztettünk ki, elsősorban saját célra, diffúziós profilokról készült autoradiogramok értékelésére. A berendezés példányai azonban ma már több hazai spektroszkópiai laboratóriumban is működnek, elsősorban optikai emissziós spektrográfias célokra.

⁺ Agrártudományi Egyetem, Gödöllő

⁺⁺ ELTE Természettudományi Kar, Szervetlen és Analitikai Kémiai Tanszék, Budapest

Az új optikai rendszerű, lézer fényforrású mikrodenzitométer rendelkezik egyrészt egy olyan előréssel, amely kizárólag a mérendő felületelemet átvilágító fénynyalábot engedi át, másrészt egy második fénysugárral, amely a tárgy integrális leképezését biztosítja.

A műszer egyfényutas, a mérőrendszerbe csupán a mérés céljaira szolgáló vörös lézerfény jut. A vizuális megfigyelést lehetővé tevő zöld nyaláb a primer képsíokban elhelyezett ernyőre képeződik le.

Az új mikrodenzitométer linearitását vonalas szinképfelvételek segítségével ellenőriztük. A koherens megvilágítás és az előrésnek mérőrésként való alkalmazása a feketedési görbe lineáris szakaszának jelentős kiterjesztéséhez vezetett.

Rácsos spektrográffal készített felvételek segítségével hasonlítottuk össze a hagyományos és lézer megvilágítással rendelkező mikrodenzitométereket /1. táblázat/. Az új megvilágítási és képfelbontási rendszer különösen a nagyobb feketedések esetén eredményezi a linearitás jelentős kiterjesztését.

1. Táblázat

Spektrográf résszélessége [μm]	A γ - görbe lineáris szakaszának felső határértéke $/S_{LL}/$	
	Hagyományos MDM	lézer MDM
20	1.9	2.5
40	2.1	2.9

1. Zimmer K., Heltai Gy.: Magy. Kém. Folyóirat, 85, 170 /1979/.
2. Kozma L.: Magyar Kém. Folyóirat, 85, 266 /1979/.

NAGYÉRZÉKENYSÉGŰ HARMATPONTMÉRŐ BERENDEZÉS

Görög Tamás

Tóth András

Lőrinczy András

Lendvay Ödön

Bizonyos ipari technológiáknál rendkívül fontos tényező, hogy a folyamathoz felhasznált gáz nedvességtartalmát alacsony, illetve meghatározott értéken tartsák. Különösen fontos ez a vegyipar, a kohászat és a félvezető ipar számos területén. E feladat biztosítására a harmatpont mérésére van szükség.

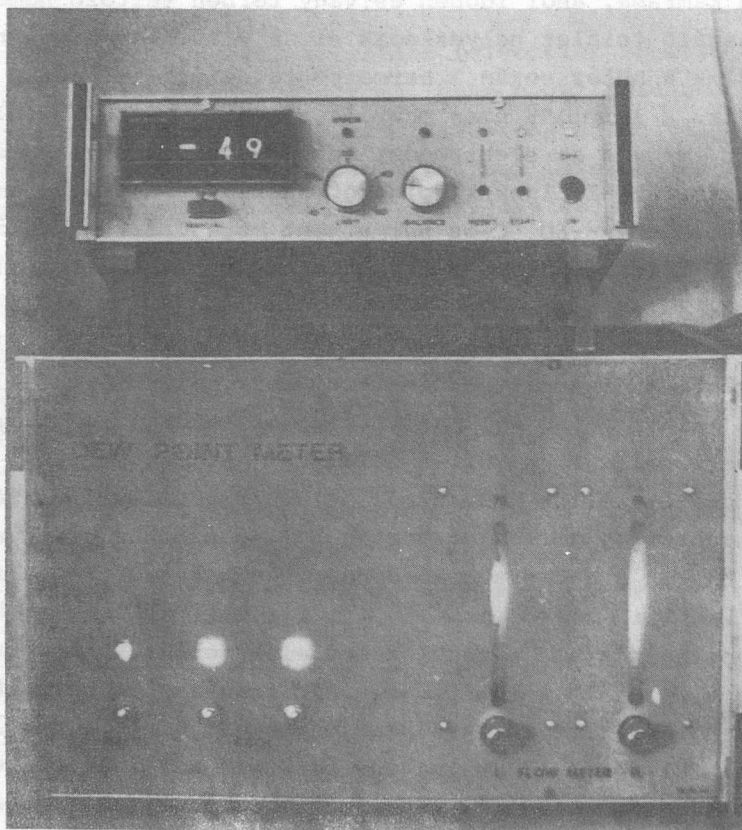
Sokféle mérőműszert dolgoztak ki ezideig. Szinte valamennyi módszer közös sajátossága, hogy a vizsgálandó gázt bevezetik egy vizsgáló kamrába, ahol időben és/vagy térben változó hőmérsékletű vizsgáló felület helyezkedik el. A vizsgálandó gáz nedvességtartalma a hűtés során a harmatpontot elérő felületen kondenzálódik. A lecsapódó pára megváltoztatja a vizsgáló felület állapotát, vagyis az elektromos, optikai, termikus vagy kémiai sajátosságait. Az általunk kidolgozott harmatpontmérő - amely optimális esetben -60°C -os harmatpont mérésére is alkalmas - a vizsgáló felület hűtésére kaszkádba kapcsolt Peltier-elemet használ.

A mérés során egy elektronikus vezérlő berendezés elindítja a hűtést. A vizsgáló felületre - amely polírozott szilícium lap - 45° alatt beeső kollimált fény jut, amely visszaverődve egy fotoellenállásra kerül. A felületre merőlegesen egy vele azonos fotoellenállás helyezkedik el. A két fotoellenállás hidba van kapcsolva. A felület "meleg" állapotában a hid kiegyenlített. Amikor a nedvesség kondenzációja megkezdődik, a felület reflexiója megváltozik, a hid kiegyenlítése felborul. Ez elindítja a hőmérsékletmérő elektronikát, amelynek érzékelője a vizsgáló felületre szerelt tranzisztor chip. A készülék a hőmérséklet értékét számjegyekkel jelzi. A beállított időállandótól függő idő múlva egy fűtőtest a felületet felfűti. A fűtés addig tart, amíg a kondenzált nedvesség el nem távozik a felületről, és ezáltal a hid egyensúlya újra visszaáll.

Ezután a ciklus ismétlődik. Így a berendezés folyamatosan jelzi a harmatpont értékét. A készülék beállítható úgy is, hogy valamely érték elérésekor jelzést adjon. A berendezést elláttuk regisztráló kimenettel, valamint hűtőviz kimaradást jelző és beavatkozó automatikával is.

Az elkészített berendezésünk hidrogén gázzal üzemeltetve, amely a nagy hővezető képessége miatt az elérhető legalacsonyabb hőmérséklet tekintetében nagyon kedvezőtlen közeg/ -55°C

harmatpont mérésére alkalmas. A kidolgozott harmatpontmérő berendezést az Egyesült Izzólámpa és Vill.Rt. a wolframgyártásnál alkalmazza.



AUTOMATIKUS RENDSZERŰ LÁMPAVIZSGÁLÓ FOTOMÉTER⁺

Brósz Róbert

Czibula György

A fényforrásgyártás területén az elmúlt években jelentősen megnőtt a nagy fényforrásgyártók konkurrenciaharca. A hazai gyártó exportképességét csak a minőség folyamatos és pontos ellenőrzésével tudja biztosítani és fokozni. E minőségellenőrző módszerek közül a fényforrás fényáramának és fényhasznosításának meghatározása a legalapvetőbb. A mai modern gyártósorokon óránként több ezer fényforrás készül, ezek minősítését már csak automatikus fotometrálassal lehet biztosítani.

Intézetünk az Egyesült Izzó megbízásából - fotometriai és méréstechnikai ismereteit felhasználva - mikroprocesszor által vezérelt automata fotométert fejlesztett ki. E fotométerrel szemben a következő követelményeket támasztották. Betanított munkás is kezelhesse. Ki- és bemeneti egységen keresztül kérdezze meg a kezelőtől a méréssel kapcsolatos adatokat, gondoskodják az elektronikus berendezés balesetmentes üzemeltetéséről.

A fenti gondolatoknak megfelelően az automata fotométert - az EIVRT Konverta Gyárának fotométergömbjét felhasználva - úgy alakítottuk ki, hogy ahhoz kapcsolódjék egy összefüggő elektronikus egységbe /a toronyba/ szerelt tápegység², egy szilícium fényelemes fotométer¹, egy feszültség- és árammérő egység, valamint ezek vezérlését és a mérési eredmények kiértékelését végző mikroszámítógép. A berendezés tartozéka az elektronikusan vezérelt írógép /teletype/. A mérést végző személy ennek billentyűzetén keresztül közli a szükséges adatokat a géppel, amely kinyomtatja a mérési és számítási eredményeket.

Az 1. ábrán egy lámpacsoport mérési eredményeinek naplóját látjuk. A készülék új mérési sorozat indításakor először az ábra első öt sorában látható szöveges részt írja ki. A ketőspontok után a mérést végző személy beírja a kívánt adatokat. A 6. sor a névleges fényforrásadatokat tartalmazza. A mérést

végző személynek itt is csak a számadatokat /névleges feszültség, teljesítmény, fényhasznosítás/ kell betáplálnia. Ezt követően a gép kinyomtatja a fejléct és az első sorszámot, majd a fotométergömbbe helyezett lámpára kapcsolja az előírt feszültséget.

DÁTUM: 1980.01.10 IDŐ: 08.45

GÉPSZÁM: 456

MUNKASZÁM: 345

PARTI SZÁM: 34567895

RENDELÉSI SZ.: 34567876

NÉVLEGES BEMENŐ ADATOK: $U = 110 \text{ [V]}$ $P = 022,2 \text{ [W]}$
 $FH = 09.89 \text{ [LM/W]}$

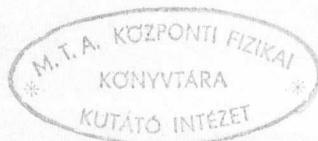
SOR	U [V]	I [A]	P [W]	P [%]	FI [LM]	FH	FH [%]	HIBÁK
051	110.0	.210	23.1	+ 4.0	199.5	8.63	-12.7	P+ FH-
052	110.0	.200	22.0	- .9	226.0	10.27	+ 3.8	FH+
053	110.0	.214	23.5	+ 5.8	254.0	10.80	+ 9.2	P+ FH+
054	110.0	.202	22.2	- .0	226.0	10.18	+ 2.9	
055	110.0	.202	22.2	- .0	217.0	9.77	- 1.2	
056	110.0	.202	22.2	- .0	220.0	9.90	+ .1	
057	110.0	.201	22.1	- .4	217.0	9.81	- .8	
058	110.0	.202	22.2	- .0	220.0	9.90	+ .1	

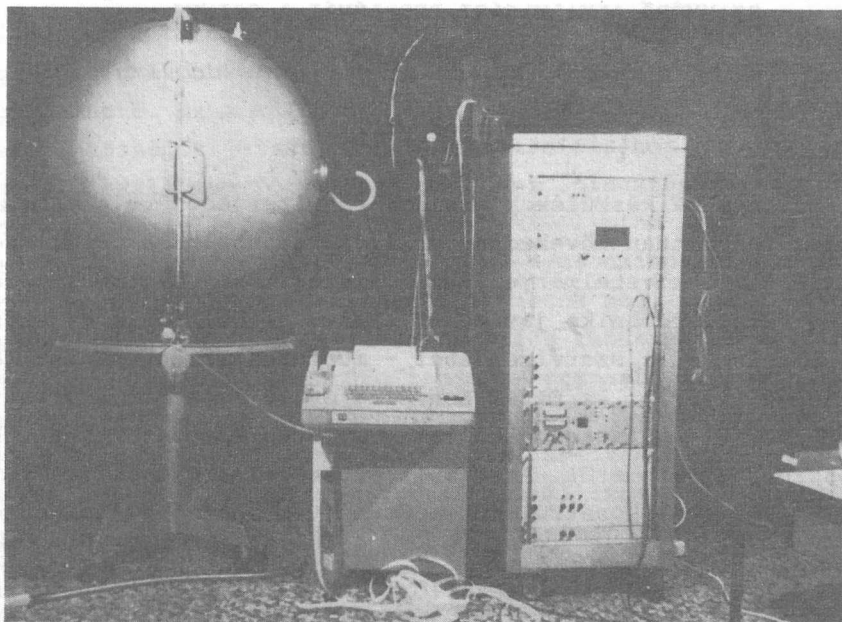
1. ábra

A mérési műveletek /feszültség-, áram- és fényárammérés/ elvégzése után a mikroszámítógép kiszámítja a lámpa teljesítményét és a névleges értéktől való százalékos eltérést, valamint a fényhasznosítást és ennek a névleges értéktől való előjelhelyes százalékos eltérését, majd kinyomtatja az eredményeket. Ha a teljesítmény- és fényhasznosítás a tűréshatáron kívül esik, akkor a HIBÁK rovatban valamint hangjelzéssel figyelmeztet erre.

Mindezen adatokat a berendezés lyukszalagon is rögzíteni tudja esetleges további adatfeldolgozás érdekében.

A 2. ábrán a teljes mérőrendszer fényképe látható. A fotométergömb jobb oldalán helyezkedik el az Intézetünkben kidolgozott termosztátba helyezett szilícium fényelemes fotométerfej. A jó szinképi illesztés és a nagy stabilitás biztosítja, hogy különböző típusú fényforrásokat egyetlen kalibrációval mérhesünk. Ez a berendezés termelékenységet is nagymértékben megjavítja.





2. ábra

A készülék a nyomtatott adatkijelzésen túl az egyes működési fázisokról fényjelzéssel, az esetleges hibás működtetésről pedig hangjelzéssel is tájékoztatja a dolgozót.

A berendezést 1980 februárjában helyezik üzembe az EIVRT Nagykanizsai Gyáregységében.

1. Brósz R., Eppeldauer Gy., Schanda J., Urhegyi M.: Számjegyes kimenetű rövidzárási árammérő.

Bejelentés napja: 1976. XII. 31. Lajstromszám: 173090.

2. Eppeldauer Gy., Gráner J.: Stabilizált tápegység

Bejelentés napja: 1971. IV. 26. Lajstromszám: 163307

+ A jelen közleményben ismertetett automatikus rendszerű lámpavizsgáló fotométert az Intézet az EIVRT-vel kötött kutatási szerződés keretében készítette.

SZINMÉRŐ ALKALMAZÁSI PROBLÉMÁI A SZINES KÉPCSÖVEK MINŐSÍTÉSÉRE

U.Vanyek Márta

A színes TV készülékek széleskörű elterjedésével természet-
szerűleg fokozottan növekednek a képcső színhelyességével szem-
ben támasztott követelmények. Ezek kielégítése nemcsak az adási,
illetve vételi technika javítását, hanem elsősorban a gyártás-
nál - még inkább a szervizelésnél - műszeres méréstechnika al-
kalmazását igényli. Az EIVRT Konverta Gyára évek óta gyártott,
önvilágítók vizsgálatára alkalmas - szintén Intézetünkben ki-
fejlesztett - színmérőt. Az elmúlt évben felmerült az igény, hogy
ezt a kb. 10 éves konstrukciót modern TV-színmérővel helyette-
sítsük. Az általunk kidolgozott készülék modern, szilícium fény-
elemes érzékelőt, logikai vezérlőrendszert és beépített aritme-
tikai egységet tartalmaz. Kezelése egyszerű, egyetlen művelet-
indító gomb benyomása után automatikusan méri meg a színössze-
tevőket, kiszámítja és kijelzi a fénysűrűséget és a szinkoordi-
nátákat. Feladatunk a fent említett színmérő berendezés speci-
fikálása, tervezése és prototípusának elkészítése.

A jelenleg forgalomban levő képcsővek színeképzése az un.
BRG /Blue-red-green, azaz kék-vörös-zöld/ rendszerben additív
színkeveréssel történik. A képcső felületén a különböző alap-
színű fényporok mozaikszerűen helyezkednek el, a gerjesztés az
árnyékmazskon keresztül három elektronágyuval szimultán törté-
nik.

A fényporréteg egyenletessége, az árnyékoló maszkok jósa-
ga, valamint az elektronágyuk helyes beállítása végső soron
színméréssel ellenőrizhető. Ugyanakkor a képcsőnek a fekete-
fehér képnek megfelelő világosságu képet kell szolgáltatnia.

A színmérés pontosságával szemben támasztott követelmények
megállapításához egyrészt elméletileg elemeztük az alapszínek
színháromszögbeli helyzetét, másrészt méréseket végeztünk kü-
lönböző típusú képernyőkön. Ugy találtuk, hogy a képcsőnél fel-
lépő tér- és időbeli ingadozások miatt ΔE egységnél kisebb
színskülönbség értékek meghatározása általában nem biztosítha-

tó, de nem is szükséges, mert szinponttól függően 6-10 ΔE egységsnyi szinkülönbség a vizuális élmény megzavarása nélkül még megengedhető. Ez a különbség szinkoordinátában kb. $\pm 0,005$ mérési pontosságot jelent. Ennek megvalósításához a detektorként szolgáló szilícium fényelemek szinképi illesztését igen nagy pontossággal kellett megvalósítani. Mivel mind szubtraktív, mind parciál szűrőzés esetén a szabványos színösszetező függvények csak bizonyos határig közelíthetők meg, az illesztés további javítását mátrixtranszformációs rendszerrel értük el. Ismeretes, hogy két szinmérő rendszer egymásba lineáris transzformációs mátrix segítségével átvihető. Ha valamelyik színösszetező értékben olyan komponensek vannak, amelyek a többi mért értékből lineáris transzformációval nem állíthatók elő, további, a szabványostól eltérő érzékenyséeloszlású detektort kell alkalmazni, és ennek megfelelően a mátrix sorszámát megnövelni. Esetünkben egy, a vörös tartományban érzékeny detektor beiktatásával a szinmérés pontossága több, mint egy nagyságrenddel javult.

Fenti transzformációval megkapjuk azokat az arányokat, amelyek jelzik, hogy az egyes valódi színösszetezők képzésénél a mért értékből mennyit használ fel a művelet. Ezeket az értékeket ellenállásláncok segítségével a műszerbe közvetlenül beépítettük. Az így kapott jelek feldolgozását és a szükséges aritmetikai műveleteket integráló üzemmódban áram-frekvencia átalakítással speciális rövidzárási árammérő végzi. A mérés időtartama 5-10 s. A fénysűrűség, valamint az x, y szinkoordináta értékek egyidejűleg számkijelzőn megjelennek.

Mind a mátrixtranszformációs szinmérőrendszer, mind a jelfeldolgozó egység ujszerű megoldásu, szabadalmi védeltséget nyert /168.258 sz., 173.090 sz./. A készülék sorozatgyártását - elsősorban szovjet exportra - az EIVRT Konverta Gyára végzi. Az első széria értékelése során a valódi és mért értékek közötti szinkülönbségek 75%-ban 1-3 ΔE között voltak, 10%-ban 1 ΔE értéktől kisebb volt és csak 2 %-ban találtunk 6-10 ΔE közötti eltérést. Az ismétlőképesség ± 1 digit.

ANYAG- ÉS SZERKEZET- VIZSGÁLATOK

AUGER-VIZSGÁLATOK A WOLFRAMMINTÁK TÖRT FELÜLETÉN

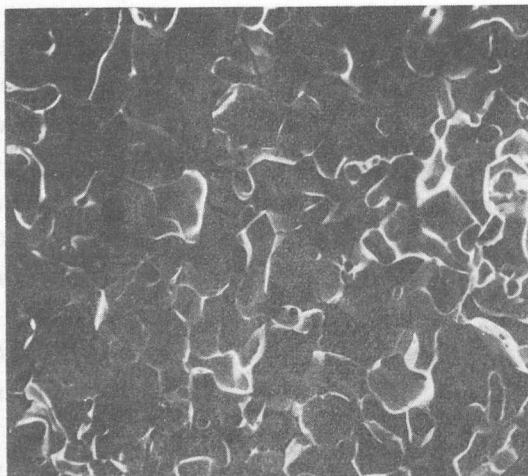
Menyhárd Miklós

Az Egyesült Izzóban előállított wolfram mintákat /különböző módon hőkezelt 0.3 mm átmérőjű huzalokat és szinterelt rudakat/ Auger-spektroszkópban "in situ" törtünk el különböző hőmérsékleteken.

Az Auger-spektroszkópiás analízis /AES/ szerint a tört felületen a kálium koncentrációja a különböző módon hőkezelt wolframhuzaloknál drasztikusan különbözött^{1,2}. Az adott huzalt különböző hőmérsékleteken eltörve /az AES vizsgálat alatt is a törési hőmérsékleten tartottuk a mintákat/ ugyancsak különböző kálium fedettségeket találtunk a tört felületen. 100 K hőmérsékleten törve a huzalt a szobahőmérsékleten mért koncentrációnak csak kb. 20 %-át kaptuk. Felmelegítve a mintát a kálium mennyisége megnőtt és lényegében elérte a szobahőmérsékleten tört mintákon mért értéket. A jelenséget azzal magyarázzuk, hogy a törés során a felületre kerülő káliumnak a háromdimenziós második fázisai a tört felületen diffúzióval terülnek szét. Így a tört felületen mért kálium koncentráció legalábbis részben a kálium második fázisainak a méretétől függ. Jól ismert, hogy a hőkezelések során megváltozik a kálium második fázisainak a mérete, és ez okozza, hogy különböző módon hőkezelt huzalokat eltörve különböző kálium fedettségeket találtunk.

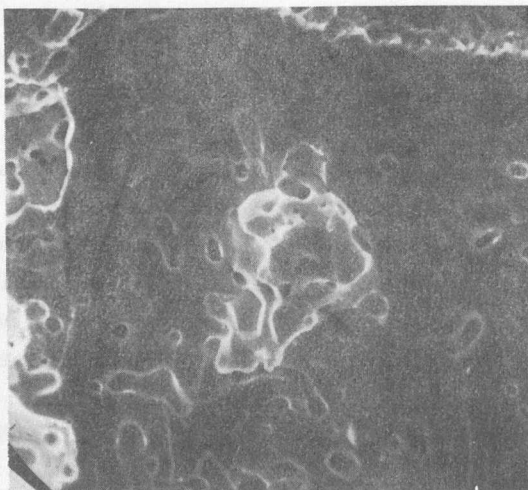
A kálium második fázisainak a szétterülése a tört felületen egyedül nem magyarázza meg a nagy kálium koncentrációt. A tört felületen mért kálium mennyiség csak úgy magyarázható meg, ha feltételezzük, hogy a kálium második fázisai mentén törik el a minta. A kálium második fázisok szétterülési idejének vizsgálatából kiderült, hogy a szokásosan elfogadott háromdimenziós második fázisok mellett kétdimenziós ún. "szétkent" kálium is van a szinterelt rudban, illetve a 0.4 mm-nél nagyobb átmérőjű huzalokban³.

Az 1. és 2. ábrán a szinterelt rudak kétféle jellegzetes töretének, vagyis a "krétás" és a fényes töretének pásztázó elektronmikroszkópikus képét mutatjuk be /nagyítás: 2000x/. Ezek szerint a krétás töret tisztán kristályhatár menti törés, míg a fényes törésnél kristály szemcséken keresztül törik az anyag.



1. ábra:

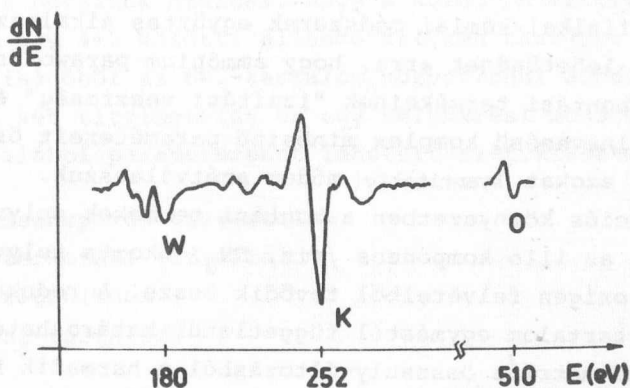
A "krétás" töret
pásztázó elektron-
mikroszkópos képe
/nagyítás: 2000x/



2. ábra:

A fényes töret
pásztázó elektron-
mikroszkópos képe
/nagyítás: 2000x/

Az AES-mérések szerint a krétás töreten néhány százalék nagyságu oxigén koncentráció található /3. ábra/, de a fényes töreten nincs oxigén szennyezettség. Ezek szerint a krétás törés oxigén szennyezés miatt következik be.



3. ábra: A krétás töret Auger-spektruma

1. M.Menyhárd

Proceedings of the Surface Analysis 79 Conference
Karlovy Vary, Vol.2. 38/1-6.

2. M.Menyhárd

Surface and Interface Analysis 1, 175, /1979/.

3. A. Kele, M. Menyhárd

Acta Physica Hungarica /közlésre benyújtva/.

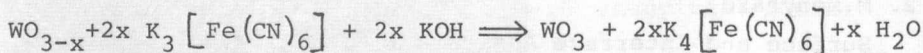
Németh Tibor
Salamon András

Kiss B. András⁺
Bartha László

A termikus analízis berendezéseinek fejlesztése során elő-
állított új automatikus termogravimetriás /AUTO-TG/ készülék
lehetővé teszi nagyszámu minta szilárd-gáz reakcióinak gyors,
reprodukálható meghatározását. A termogravimetriás eljárás, va-
lamint egyéb, fázis- és komponensanalízisre kidolgozott, labo-
ratóriumi fizikai-kémiai módszerek együttes alkalmazása megte-
remtette a lehetőséget arra, hogy ammónium-parawolframát /APW/
redukciós bontási termékeinek "izzítási veszteség" és "oxidáci-
ós szám" elnevezésű komplex minősítő paramétereit összetevőire
bontsuk és azokat kvantitatív módon szétválasszuk.

Oxidációs környezetben a bontási termékek súlyváltozása
alapvetően az illó komponens /viz, NH₃/ okozta súlyvesztés-
ből és az oxigén felvételből tevődik össze. A redukáltsági fok
és az NH₃-tartalom egymástól függetlenül határozható meg, így
a termogravimetriás összsúlyváltozásból a harmadik komponens
számítható.

Az AUTO-TG berendezés pontossága az APW és bontási termé-
keinek minősítésére szolgáló tartományban kielégítőnek látszik.
A bontási termékek redukciós fokának, azaz a mintákban az oxigén és a
wolframatomok arányának, az un.oxigénindexnek /O.I./ a meghatározására
újabb, a korábbi ezüstsulfocianidos módszer alkalmazhatósági
tartományánál /O.I. > 2,85/ szélesebb, a teljes redukciós
terméksor minősítésére alkalmas titrimetriás eljárást vezettünk
be. Az eljárás alapját a



kémiai reakció képezi. A lugfeleslegben a minták teljesen fel-

⁺EIVRT Kutató Laboratórium

oldódnak, a visszatitrálás során elfogyott permanganát mennyiségéből az O.I. érték kiszámítható. A végpont jelzésére használt egyszerű, fékezett hatású mikroelektród a meghatározás abszolút hibáját jelentősen $\pm 0,003$ értéken belülre/ csökkenti.

Az előbontott un. kénoxid minták különböző, főként a redukáló atmoszféra összetételétől, a bontási hőmérséklettől függő mennyiségű ammóniát tartalmaznak. Ennek meghatározására egyszerű desztillációs módszert alkalmaztunk, amelynél a teljes anyagot oxidáló lúgos közegben feloldjuk és az ammóniát savban fogjuk fel és titrimetriásan meghatározzuk. A pH-mérés pontosságát növeltük azáltal, hogy a közeg pH-értékét elnyelés közben egy 4-5 közötti állandó értéken tartjuk. A savfogás mennyiségéből az NH_3 -tartalom közvetlenül adódik.

Igy a két titrimetriás és egy súlymérési módszer eredményéből az alábbi paramétereket lehetett szétválasztani:

- a. / adszorpciós vızrtartalom
- b. / szerkezeti vızrtartalom
- c. / oxigénindex
- d. / NH_3 -tartalom

Biztatónak ítéljük meg azokat a termogravimetriás eredményeinket is, amelyeket a kénoxidnál erősebben redukált termékek esetén értünk el. DTA-TG vizsgálatainkból összefüggést vélünk felfedezni a kénoxid-fázis összetétele és termikus viselkedésmódja között. Lehetségesnek látszik az is, hogy az un. barnaoxid összetevőit termogravimetriás vizsgálattal meghatározzuk. A gyors TG vizsgálattal az APW redukciós végtermékének, a wolframpornak a minősítését is kivitelezhetőnek tartjuk.

Mindezek alapján látható, hogy a wolframgyártás technológiájának ellenőrzése kibővíthető egyszerű és gyors DTA-TG és más fizikai-kémiai mérésekkel. A gyors visszajelzéssel pedig a gyártmány reprodukálhatóságát és homogenitását lehet fokozni. Ezek a módszerek az EIVRT gyártásközi ellenőrzésébe beépíthetők.

LÁNGNÉLKÜLI ATOMABSORPCIÓS MÓDSZEREK ALKALMAZÁSA

Tekuláné Buxbaum Piroska

Meghatározást dolgoztunk ki néhány elem /Na, K, Mg, Ca, Cu, Fe/ közvetlen, lángnélküli atomabszorpciós meghatározására a félvezetőgyártás céljaira szolgáló nagy tisztaságú vizekben és vegyszerekben /kénsav, salétromsav - Merck Suprapur; hidrogén-peroxid - Electronic Grade/.

Pye Unicam SP 192 Atomabszorpciós Spektrofotométert, SP 9-01 Digitális Lángnélküli Atomizátort és pirolizált "PROFIL" típusu grafitcsövet használva optimalizáltuk az idő- és hőmérsékletprogramot az egyes elemekre az adott mátrixban. Háttér-korrekción nem alkalmaztunk.

Néhány, a környezetben nagyobb koncentrációban előforduló elem /Na, K, Ca, Fe/ esetén - tekintettel a módszer nagy érzékenységre - csak a szigorúan előírt kísérleti körülményeket betartva tudtunk megfelelő pontosságot és érzékenységet elérni.

Táblázatban foglaljuk össze a nagy tisztaságú vizre, mint mátrixanyagra kapott eredményeket.

Elem	Atomizálási		A vizsgált anyag		A mért legkisebb mennyiség	
	idő	hőfok	abszolút mennyisége	mátrixra vonatkoztatott konc.	abszolút értéke	a mátrixra vonatkoztatott koncentrációja
	[s]	[°C]	[pg]	[µg/l]	[pg]	[µg/l]
Na	5,0	2260	20-400	1-20	20	1
K	5,0	2260	20-400	1-20	20	1
Mg	3,5	2900	10-60	0,5-3	10	0,5
Ca	6,0	2850	100-800	10-80	100	10
Cu	5,0	2730	20-200	1-10	20	1
Fe	5,0	2730	50-200	2,5-10	50	2,5

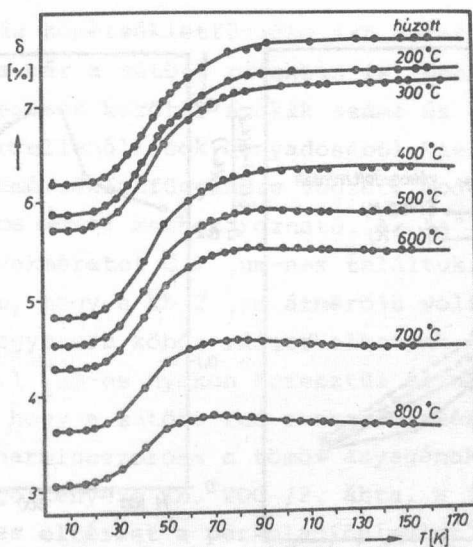
A lángnélküli atomabszorpciós technika egyik legfőbb előnye, hogy előzetes dúsítás nélkül határozható meg a nagy tisztaságú anyagokban igen kis koncentrációban jelenlevő elemek.

A továbbiakban bővíteni fogjuk a meghatározandó elemek és mátrixok körét.

A MATTHIESSEN-SZABÁLYTÓL VALÓ ELTÉRÉS VÁLTOZÁSA AZ ERŐSEN ALAKITOTT ADALÉKOS WOLFRAM LÁGYULÁSA SORÁN

Szőkefalvi-Nagy Ágnes

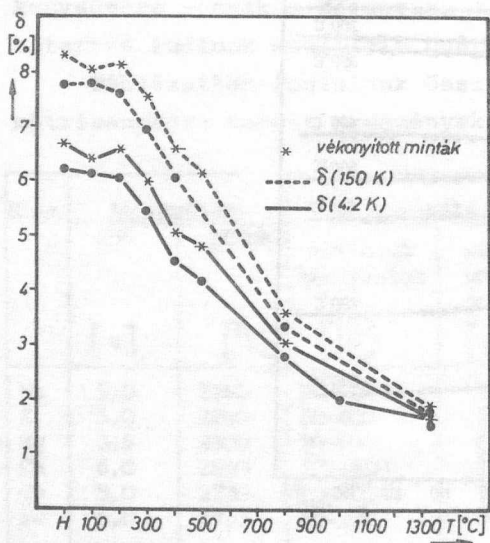
Az erősen alakított és részlegesen lágyított, rostos szerkezetű, adalékos wolfram δ relatív többletellenállása a hőmérséklet függvényében maximumot mutat, amikor a szemcsék mérete és az elektronok szabad uthossza összemérhető. A kevésbé hőkezelt mintákon azonban e feltétel teljesülése esetén sem jelenik meg maximum. Az 1. ábra mérési eredményei szerint 500°C az a hőkezelési hőmérséklet, amelynél a maximum már jól látható.



1. ábra: A δ relatív többletellenállás hőmérsékletfüggése a különböző hőmérsékleteken 1 órán át hőkezelt, 0,3 mm átmérőjű, kevés vasat tartalmazó wolfram mintákon.

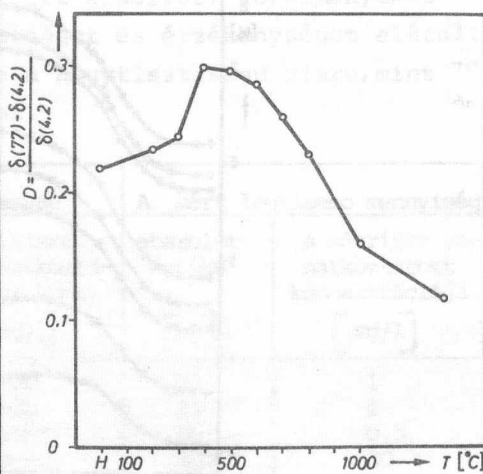
Annak eldöntésére, hogy a maximum hiánya milyen okokra vezethető vissza, a mintákat elektrolitikusan vékonyítottuk. Az így tapasztalt ellenállásnövekményt radiálisan inhomogén szennyeloszlással meg lehetne magyarázni. Az a tény viszont, hogy a vékonyított és nem vékonyított minták közötti többletellenállás-különbség magas hőmérsékleti határértéke a hőkezelési hőmérséklet növekedésével erősen csökken /2. ábra/, azt mutatja, hogy a vékonyítás által okozott változás az elsőrendű belsőfe-
szültségek eltűnésével hozható kapcsolatba.

A 3. ábrán a Matthiessen-szabálytól való D eltérést ábrázoltuk a hőkezelési hőmérséklet függvényében. A 400°C körül tapasztalható maximum a III. hőkezelési lépcső, amelyet utabban ismét a vakanciák eltűnésével hoznak kapcsolatba.



2. ábra:

A δ relatív többletellenállás értéke 4,2 K és 150 K hőmérsékleten a hőkezelési hőmérséklet függvényében



3. ábra:

A Matthiessen-szabálytól való D eltérés a hőkezelési hőmérséklet függvényében

SZINTERELÉSI NYAKAK VIZSGÁLATA SÜTÖTT WOLFRAMRUDAKBAN

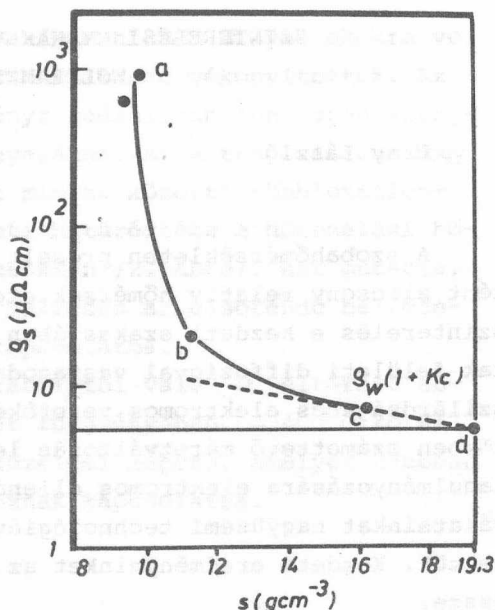
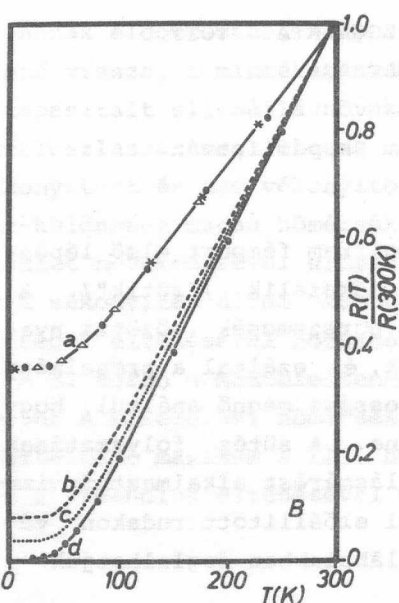
Uray László

Skopál István

A szobahőmérsékleten préselt wolfram fémport első lépésként alacsony relativ hőmérsékleten hőkezelik /"sütik"/. A szinterelés e kezdeti szakaszában a porszemcsék közötti nyakak felületi diffúzióval vastagodnak, és ezáltal a préselmény szilárdsága és elektromos vezetőképessége megnő anélkül, hogy közben számottevő méretváltozás lenne. A sütés folyamatának tanulmányozására elektromos ellenállásmérést alkalmaztunk, vizsgálatainkat nagyüzemi technológiával előállított rudakon végeztük. Kezdeti eredményeinket az alábbiakban foglalhatjuk össze.

Az ellenállás hőmérsékletfüggése azt mutatja, hogy az elektromos vezetés már a süttött rudakban is fémes jellegű /1. ábra/. Minthogy a porszemcsék közötti nyakak száma és eloszlása a két hőmérsékleten mért ellenállások hányadosából kiesik, a nyakak ellenállásának hőmérsékletfüggésére végzett modellszámítások alapján¹ azok átlagos mérete meghatározható. Az "a" jelű süttött rudban az átlagos nyakméretet $0.1 \mu\text{m}$ -nek találtuk.

Feltételezve, hogy a kb $2 \mu\text{m}$ átmérőjű wolfram porszemcsék a süttött rudban egyszerű köbös rácsot alkotnak, és a közvetlen szomszédok egy $0.1 \mu\text{m}$ -es nyakon keresztül érintkeznek egymással, azt kapjuk, hogy a süttött rud szobahőmérsékleti effektív ellenállása kb. harmincszorosa a tömör anyagénak. A mérés szerint a szóbantorgó tényező kb. 200 /2. ábra, a jelű rud/. Ezt a közel hétszeres eltérést a perkolációelmélet² keretében az a feltevéssel magyarázhatjuk meg, hogy szabályos rácsunkban, véletlenszerű elrendezésben az összekötő nyakaknak durván a fele hiányzik.



1. ábra. Az elektromos ellenállás különböző szakaszaiban levő wolframrudakra.

/"a" - süttött, "b" - előszinterelt, "c" - szinterelt, "d"-zónázott rud/

2. ábra. A szobahőmérsékleti fajlagos ellenállás $|\rho_s|$ a sűrűség $|s|$ függvényében. A szaggatott vonal az üregeken való szórás lineáris modelljének felel meg.

$|\rho_w|$ a tömör W fajlagos ellenállása, c az üregek koncentrációja, K=2 alakfaktor/

Süttött wolframrudak ellenállását örvényáramokkal mérve azt tapasztaltuk³, hogy a rudak ellenállása a szobalevegőn való tárolás közben nő /5 hét alatt akár háromszorosára is/. 500°C-on végzett hidrogén hőkezelés hatására viszont az ellenállások jelentősen csökkentek. Igazoltuk, hogy ez a jelenség egy olyan korrozio következménye, amely a levegő hatására szobahőmérsékleten is végbemegy, és a fémporszemcsék felületét borító adalékanyagok hatásával kapcsolatos. Nem lépett fel ugyanis ellenállásnövekedés olyan rudaknál, amelyeket vákuumban $p \leq 100$ Pa/tároltunk, vagy amelyeket - egyébként azonos körülmények között - hidrogénfluoriddal "mosott" porból készítettek.

A mért ellenállásnövekedés alapján a korrózió behatolása 300 óra alatt kb. 10 atomrétegre becsülhető.

1. G. Wexler: The size effect and the non-local Boltzmann transport equation in orifice and dish geometry.
Proc. Phys. Soc. 89 927 /1966/.
2. Scott Kirkpatrick: Percolation and Conduction
Rev. Mod. Phys. 45, 574 /1973/.
3. I. Skopal: Eddy-current loss in powder metallurgical tungsten rods.
Powder Met. Int. /megjelenés alatt/

WOLFRAMHUZALOK SZEMCSÉINEK ORIENTÁCIÓS VIZSGÁLATA PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓPPAL

Koltai Ferenc

Radnóczy György

A pásztázó elektronmikroszkóp /PEM/ fémtani alkalmazhatósága jelentősen növekszik, ha krisztallográfiai információt is tud szolgáltatni. Az un. elektroncsatornázási üzemmód alkalmas egykristályok orientációjának meghatározására.

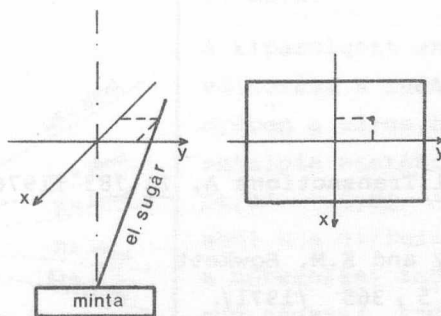
Elektroncsatornázási kép készítésekor a sugár kb. nyolc fokos térszögben billeg, miközben a minta azonos pontját éri. A visszaszórt elektronok száma a beesési irány függvényében változik. Minden beesési iránynak megfeleltethető a megjelenítő katódsugárcső egy pontja /1. ábra/. E pont fényessége arányos a visszaszórt elektronok intenzitásával. Az ilyen módon keletkező elektroncsatornázási kép kiértékelése hasonló a Kikuchi-ábrák kiértékeléséhez /2. ábra/.

A módszer lehetséges alkalmazási területei:

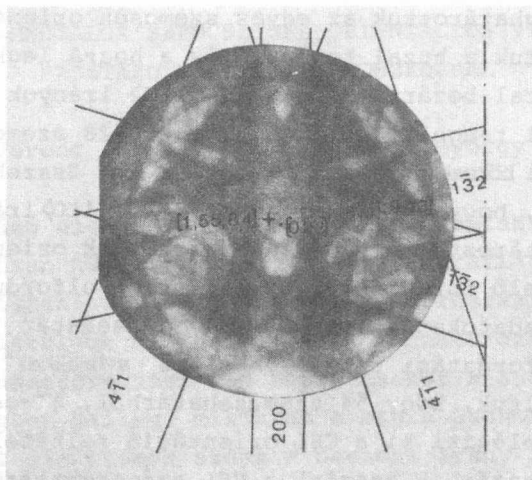
- kristályszerkezet és rácsállandó meghatározása;
- egykristályok és polikristályos anyagban a szemcsék orientációjának mérése / a szemcse átmérője $\geq 10 \mu\text{m}$ /;
- szemcsehatárokon fellépő orientációkülönbség kiszámítása;
- kristályrács-deformációk kvalitatív meghatározása az elektroncsatornázási kép kontrasztjának csökkenéséből;
- a belépő elektronok energiájának kiszámítása az alacsony indexű pólusokban megjelenő finomszerkezet alapján.

A fenti módszerrel 0.5 mm átmérőjű, hőkezelt /2500 K, 3 perc/ wolframhuzal szemcséit vizsgáltuk. A huzal felét leköszörültük, hogy sík felületet kapjunk. A deformált réteget elektrolitikus marással és polírozással /3%-os NaOH oldatban/ eltávolítottuk. Az így előkészített felület topográfias képén az egyes kristályszemcséket és a szemcsehatárokat jól megfi-

gyelhettük. Meghatároztuk az egyes szemcsék orientációját. Eből kiszámítottuk a huzal tengelye és a hozzá legközelebb eső $\langle 110 \rangle$ irány által bezárt szöget. Az $\langle 110 \rangle$ irányok empirikus szórása a huzal tengelye körül $2,2^\circ$ volt /28 szemcse alapján/. Eredményünket a hőkezelés előtti méréssel¹ összehasonlítva megállapítható, hogy a hőkezelés során az $\langle 110 \rangle$ irányok szórása megnőtt. Meghatároztuk a szomszédos szemcsék orientációkülönbségének megfelelő forgatási tengelyeket és elfordulási szögeket. A kapott adatokat a koincidens szemcsehatár /CSL/ modellből számított forgatási tengelyekkel és szögekkel² összehasonlítva azt találtuk, hogy 54 szemcsehatárból, 4° -os eltéréseket megengedve, 4 elégíti ki a CSL orientáció feltételeit, és négy volt kisszögű határ. E szerint a CSL szemcsehatárok a rekrisztalizált wolframhuzalokban nem fordulnak elő a véletlen eloszlásnál gyakrabban. A kisszögű szemcsehatárok jelenlétét a textura miatt közeli orientációban levő szemcsék véletlen találkozása magyarázza. Az orientációs méréseket JSM-35 pásztázó elektronmikroszkóppal, a számításokat PDP-11 kisszámítógépre írt program segítségével végeztük.



1. ábra: Az elektronsugár mozgása elektroncsatornázási üzemmódban. A beesési irányok és a megjelenítő katódsugárcső pontjainak megfeleltetése.



2. ábra: Elektroncsatornázási kép egy wolfram-szemcséről, amelynek orientációja a /023/ irányhoz van közel. A pontos orientáció /1,55,84/. A .-. vonal a húzal tengelyének iránya.

1. D.B. Snow
Metallurgical Transactions A, 7A, 783 /1976/.
2. P.H. Pumphrey and K.M. Bowkett
Scripta Met. 5, 365 /1971/.

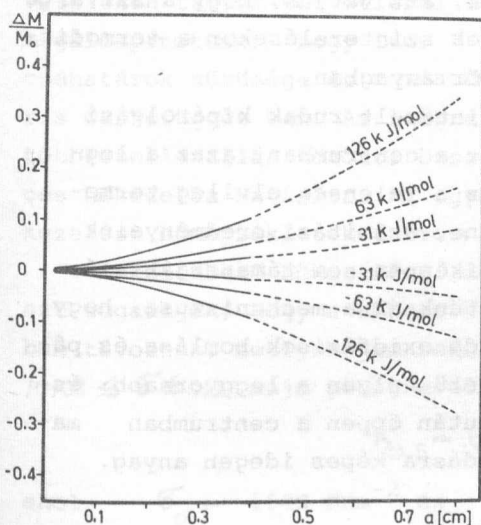
TERMODIFFUZIÓ HATÁSA AZ ILLÉKONY SZENNYEZŐK KIPÁROLGÁSÁRA

Gaál István

Csépes Zoltán

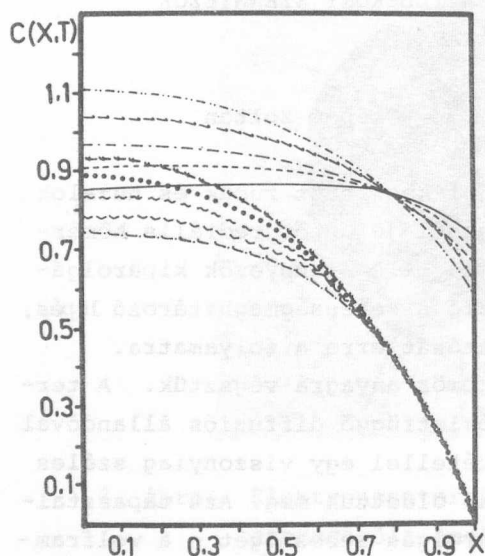
A magas olvadáspontú fémekből készített rudak és huzalok átmenő árammal történő hőkezelésénél jelentős radiális hőmérsékletgradiens alakul ki. Mivel az illó szennyezők kipárolgásánál gyakran a térfogati diffúzió a sebességhatározó lépés, megvizsgáltuk a termodiffúzió hatását erre a folyamatra.

Tájékozódó számításainkat tömör anyagra végeztük. A termodiffúziós egyenleteket hőmérsékletfüggő diffúziós állandóval és a kipárolgást leíró határfeltétellel egy viszonylag széles paramétertartományban numerikusan oldottuk meg. Azt tapasztaltuk, hogy a termodiffúzió a kipárolgás sebességét - a wolframtechnológiában szokásos méretek esetén - csak olyan nagy termodiffúziós entalpiák mellett befolyásolja jelentős mértékben, amelyek csak ritkán fordulnak elő /1. ábra/. A termodiffúziónak a kipárolgási profilra való hatását a 2. ábra szemlélteti.



1. ábra:

A kipárolgott anyagmennyiség változása a rudátmérő függvényében a zérus termodiffúziós entalpia esetéhez képest $Dt/a^2 = 0,01$ értéknél, ahol D a diffúziós tényező, t a hőkezelési idő, a pedig a rud sugara/. A diffúzió aktiválási energiája 628 kJ/mol, a hőmérséklet 3000 K, a hűtőközeg áramló hidrogén.



2. ábra:

A kipárolgási profil a párolgási sebességhez képest lassu, /alsó görbesor/ és gyorsabb /felső görbesor/ diffúzió esetén 0,2 cm sugaru rudban. A termodiffúziós hő a c tengely metszésének sorrendjében 120, 60, 0, -60 és -120 kJ/mol volt. A többi adat az 1. ábra adataival egyezik meg

Mivel számításaink szerint a termodiffúzió hatása a normál diffúzió hőmérsékletfüggésének csökkenésével csökken és a termodiffúziós entalpia gázokban mindig kisebb, mint a számításainkban alkalmazott értékek, azt várjuk, hogy a szivárgási utakkal átszőtt préselt testek szinterelésekor a termodiffúzió hatása kisebb, mint a tömör anyagban.

A tapasztalat szerint a szinterelt rudak kipárolgási profilja gyakran mutat minimumot a centrumban, azaz a legmagasabb hőmérsékletű helyen. Ez a jelenség elvileg termodiffúzió következménye is lehetne. Számítási eredményeink azonban ezt a magyarázatot semmiképpen sem támasztják alá. A minimum kialakulásának szerintünk az a mechanizmusa, hogy a szivárgási üregek falára tapadó oxidfázisok bomlása és párolgása a legmagasabb hőmérsékletű helyen a leggyorsabb és így a szivárgási utak záródása után éppen a centrumban marad vissza a legkevesebb beoldódásra képes idegen anyag.

AZ ERŐSEN ALAKITOTT K-Al-Si ADALÉKOS WOLFRAM LÁGYULÁSA

Lipták László

Major János

Gaál István

A wolfram huzását megszakító lágyító hőkezelések során - a duktilitás megőrzése érdekében - mindig megtartjuk a rostos szemcseszerkezetet. Mivel a rostos szerkezetekben végbemenő lágyulás mechanizmusa nincs tisztázva, célszerűnek tartottuk megvizsgálni az erősen alakított K-Al-Si adalékos wolframban a rostos szerkezet felbomlását megelőző lágyulás természetét.

Száraz hidrogénben, valamint $5 \cdot 10^{-3}$ és 10^{-4} Pa parciális oxigén nyomású vákuumban 500 és 3000 K közötti állandó hőmérsékleteken 10 , 10^2 , 10^3 , 10^4 és 10^5 másodperces hőkezeléseket végeztünk 0,18 mm átmérőjű ipari huzalokon. Azt találtuk, hogy mindaddig, amíg a rostos szerkezet nem bomlik fel, a folyáshatár arányos a szemcsehatárok sűrűségével és az arányossági tényező független a hőkezelés módjától.

Mivel a szóbanforgó rostméreteket csak transzmissziós felvételeken tudtuk közvetlenül meghatározni, egy elővizsgálattal megállapítottuk, hogy 1600 K feletti hőkezelések esetén a szemcsehatárok sűrűsége és a relatív többletellenállás között lineáris összefüggés van. Az 1. ábra a σ folyáshatár és a δ relatív többletellenállás közötti összefüggést szemlélteti 10 másodperces hőkezelés hatására. Az egyes mérési pontokhoz különböző hőkezelési hőmérsékletek tartoznak, ezeket azonban nem jelöltük.

A különböző hőkezelési időkkel felvett $\sigma - \delta$ diagramok azt sugallják, hogy a hőkezelés első szakaszában olyan ponthibák távoznak, amelyek nem befolyásolják a folyáshatárt $0,08 \leq \delta \leq 0,1$ majd pedig a hőkezelés módjától függetlenül:

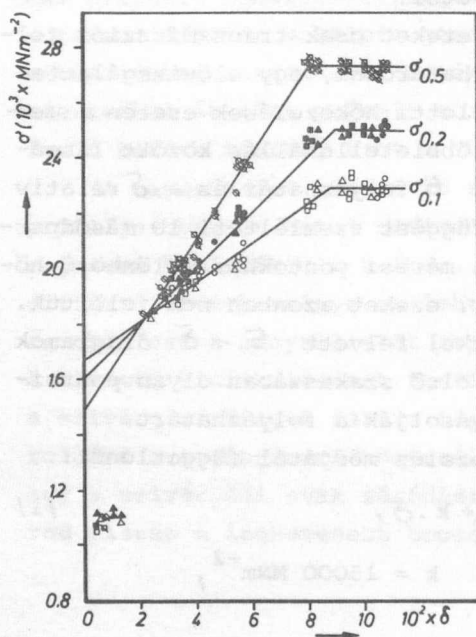
$$\sigma_{0,5} = \sigma_0 + k \cdot \delta, \quad /1/$$

ahol $\sigma_0 = 1500 \text{ MNm}^{-2}$ és $k = 15000 \text{ MNm}^{-2}$,

$$\delta = [\sigma(77\text{K}) - \sigma_i(77\text{K})] / \sigma_i(300\text{K}),$$

σ/T a T hőmérsékleten mért fajlagos ellenállás, σ_i pedig a fononszórásból eredő fajlagos ellenállás. A szemcsehatárok zérus sűrűségére extrapolált folyáshatár azért nagyobb a teljesen kilágyított huzalokon mértnél, mert a rostos szerkezetek felbomlásával egyidőben a nem kálium jellegű második fázisok elbomlanak és anyaguk a huzalból kipárolog.

/1/ szerint a rostos wolfram alakítási keménységét a szemcseméret szabja meg. A lineáris összefüggés esetünkben abból eredhet, hogy a rendkívül finom rostméret nem teszi lehetővé a Hall-Petch-összefüggés értelmezésénél kiindulópontként szolgáló könnyű diszlokációs sokszorozódást az egyes szemcséken belül. Az /1/ egyenletben szereplő súlyfaktor értéke egy olyan modellből nyerhető, amelyben a folyáshatárt az szabja meg, hogy milyen feszültség hatására tudja egy, a szemcsehatárokon végződő diszlokációs szakasz a szemcse teljes területét végigsöpörni.



1. ábra:

A folyáshatár és a többletellenállás közötti összefüggés 10 másodperces, különböző hőmérsékleteken végzett hőkezelés után. A \circ , \bullet , \emptyset hidrogénes, a \square , \blacksquare , \boxtimes , ill. a \triangle , \blacktriangle , \triangleleft vákuumban végzett hőkezelést jelent.

AUGER-SPEKTROMETRIAI VIZSGÁLATOK SZERSZÁMACÉL TÖRÉSI FELÜLETEIN

Hegedüs Zoltán⁺

Romhányi Klára⁺

Szászné Csih Zsuzsanna⁺

Gergely György

Menyhárd Miklós

Fémek, acélok és ötvözetek mechanikai tulajdonságait lényegesen befolyásolhatják azok nyomszennyezői. Bizonyos nyomszennyezők a szemcsehatárokon kiválva törést okozhatnak. A technológia számára igen fontos ezen folyamatok feltárása. Vizsgálatuk korszerű módszere az Auger-spektrometria ¹⁻⁴.

A csepeli K-13 szerszámacélon /tömbi összetétele sulyszázalékban: 0,01 % C; 0,94 % Si; 0,60 % Mn; 0,008 % S; 0,019 % P; 4,93 % Cr; 0,19 % Ni; 1,0 % V és 1,48 % Mo/ tanulmányoztuk az edzési hőmérséklet és a hűtési sebesség függvényében a kristályhatár menti törés feltételeit, létrejöttét, a törési felület anyagi összetételét, továbbá szövetelem szerkezetét.

A törési hőmérséklet megválasztása igen lényegesnek bizonyult. Kísérleteket végeztünk a -150°C és +230 °C közötti hőmérséklettartományban.

A 3x3 mm² keresztmetszetű bemetszett mintákat 6x10⁻⁸ Pa ultravákuumban törtük Riber FR 100 törőszerszámmal, amelynek működési tartományát módosításunkkal +230 °C hőmérsékletig terjesztettük ki. A törési felületeket Riber OPC 103 CMA analizátorral vizsgáltuk, 50 µm átmérőjű elektronsugárral való gerjesztéssel. Az Auger-spektrumokat a PHI atlasz alapján értékeltük ki, visszaszórási korrekció alkalmazásával⁵. A törési felületeket pásztázó elektronmikroszkóppal /PEM/ tanulmányoztuk.

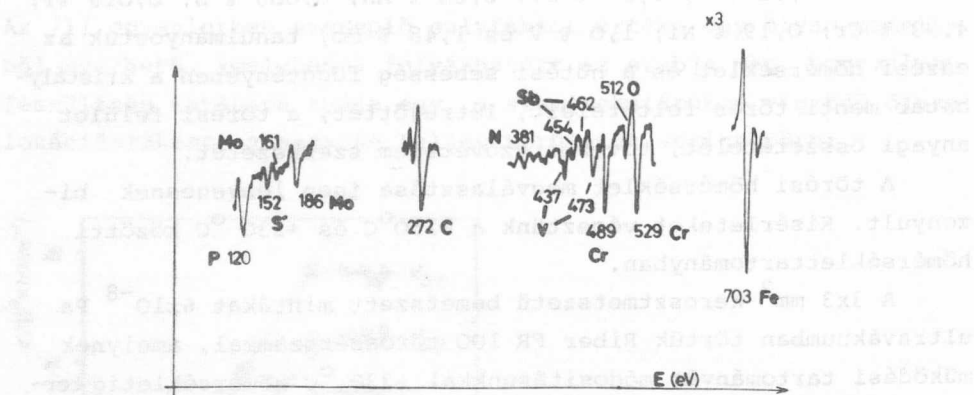
A törés módja, a törési felületek Auger-spektrumai erősen függenek a minták hőkezelésétől. A vizsgálatok eredményeiről

⁺Csepel Vas és Fémművek Fémtani és Technológiai Kutató Intézete

részletes közleményünkben számolunk be⁶. Itt csupán néhány eredményt emelünk ki.

Az 1100 °C hőmérsékleten izzított és edzett, majd 600 °C hőmérsékleten megeresztett minta +35°C-on a szemcsehatárokon tört. A törési felület a foszfor erős feldusulását mutatta, amely korrelációban volt a Cr, V és Mo feldusulásával. A törési felület továbbá ként és antimont is mutatott.

Az 1. ábra mutatja az Auger-spektrumot, a 2. ábra pedig a felület PEM képét.



1. ábra

Ugyanezen mintát -100 °C-on törve², a felület összetétele megfelelt a tömbinek, az anyag a szemcséken belül tört. Használóképpen viselkedett ugyanezen anyag megeresztés nélkül.



2. ábra

Az 1040°C hőmérsékleten izzított és edzett, majd 600°C hőmérsékleten megeresztett anyag a szemcséken belül tört. Egyes esetekben a törési felület egyes pontjaiban óriási kén vagy foszfor feldusulásokat észleltünk, amelyek a második fázisokkal korrelációt mutattak a PEM felvételeken.

1. Gergely Gy.: A szilárdtestkutatás újabb eredményei 6, 107 /1979/.
2. Gergely Gy.: Gép, 29, 187 /1977/.
3. Gergely Gy., Menyhárd M.: GTE VII. Anyagvizsgáló Kongresszus Budapest, 1978. 943.
4. Romhányi K., Szászné Csih Zs., Gergely Gy., Menyhárd M.: X. Kohászati Anyagvizsgáló Napok, Balatonaliga, 1979. 243.
5. G.Gergely: Proc. ELFT-ÖGW Vacuum Conf. Győr, 1979. /Acta.Phys.Hung./megjelenés alatt/.
6. K.Romhányi, Zs.Szász-Csih, G.Gergely, M.Menyhárd: Kristall und Technik 15, 471 /1980/.

PRECIPITÁTUMOK AZONOSÍTÁSA ÉS ELEKTRONSUGARAS
MIKROELEMZÉSE SZILICIUM ALAPU FÉLVEZETŐ ESZKÖZÖKBEN

Barna Árpád

P.Werner⁺

M. Pasemann⁺

H.J.Hagel⁺

Szilícium alapu MOS eszközök aktiv zónájában a pásztázó elektronmikroszkópos EBIC /vagyis az elektronsugár által keltett áramon alapuló/ mérések mikroplazma letöréseket mutattak ki. Az áramkört kémiai maratás segítségével nagyfeszültségű transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatokra alkalmassá téve, kiválások voltak felismerhetők. A kiválás és a mikroplazma helye az eszközben megegyezett¹.

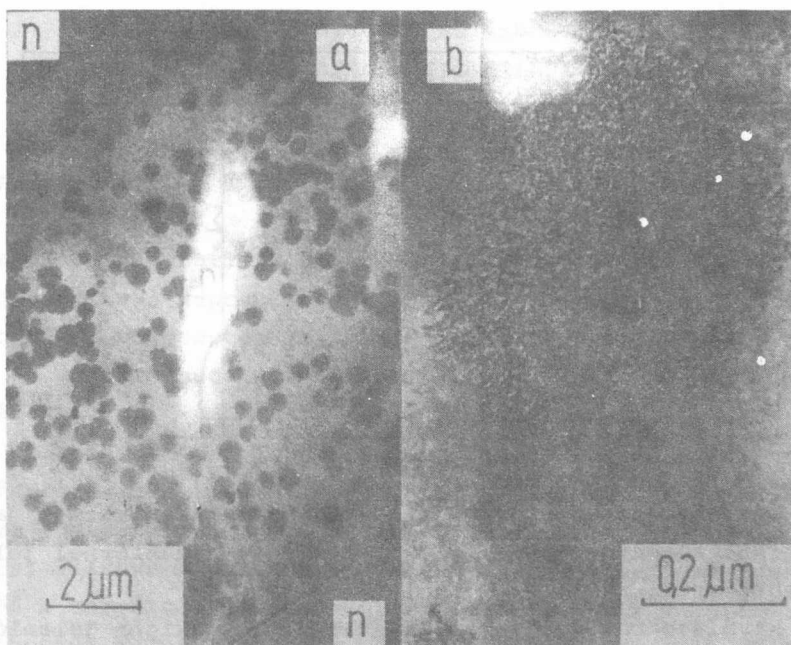
Az eszközöket n típusu (100) és (111) orientációju szeletekre készítették, a p-n átmeneteket bór diffúziójával hozták létre. A kiválások mindig a bórral adalékolt tartományban jelentek meg, /1.a ábra/ a gyártási technológia harmadik oxidációs lépésében. Sztereó elektronmikroszkópos felvételek segítségével kimutatható volt, hogy e kiválások a felszín alatt mintegy 10 nm mélységtől kezdődően helyezkednek el, mértük a néhány száz nm tartományba esik /1.b. ábra/.

A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatra preparált minták lehetővé tették, hogy a részecskék idegen anyag tartalmát elektronsugaras röntgen-mikroanalízis segítségével megkíséreljük meghatározni.

A JEOL 100S transzmissziós pásztázó elektronmikroszkópban végzett energiadiszperzív röntgen-mikroanalízis - amely a $Z > 9$ rendszámú elemek jelenlétére adhatott felvilágosítást - nem mutatott ki idegen anyagot.

Az extrakciós replikatechnikával és a direktrácsfeloldású elektronmikroszkópiával végzett vizsgálatok a kiválások anyagára polikristályos szilíciumot adtak.

⁺ Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der DAW, Halle, NDK



1.a ábra

1.b ábra

Az Auger-elektronspektroszkópiás mérések, amelyeket a kiválások megjelenési mélységéig leporlasztott áramkörökön végeztünk, oxigén, nitrogén és szén jelenlétét mutatták ki. Ez a mérés azonban nem nyújtott lehetőséget az idegen elemek helyének lokalizálására.

A további vizsgálatokra megkíséreltük a módosított JEOL 100U transzmissziós elektronmikroszkóp hullámhosszdiszperzív röntgenspektrométerét felhasználni, amely a $Z = 4$ rendszámú bórtól kezdődően képes a mintában levő anyagról felvilágosítást adni, mintegy 100-200 nm laterális felbontással².

A 0,2 - 0,8 μm méretű kiválásokban mértük a kiválásmentes területhez képest az oxigén, a nitrogén és a bór esetleges felgyülemét. A mennyiségi értékek meghatározása céljából az oxigén jelre etalonként 10 nm vastagságú SiO_x ($x \approx 1,2-1,3$), a nitrogén jelre 63 nm vastag Si_3N_4 és a bór jelre 80 nm vastag B_2O_3 mintákat használtunk fel³.

1. táblázat

oxigén	nitrogén	bór
$\sum P_i = 1009$	$\sum P_i = 416$	$\sum P_i = 290$
$\sum B_i = 698$	$\sum B_i = 370$	$\sum B_i = 295$
$\frac{\sum P_i - \sum B_i}{\sqrt{\sum B_i}} = 11,8$	$\frac{\sum P_i - \sum B_i}{\sqrt{\sum B_i}} = 2,4$	

A mérési eredményeinket az 1. táblázat tartalmazza, ahol P_i a keresett röntgenvonal helyén, B_i pedig a háttérnél jelentkező beütésszám.

A kiválásokban egyértelműen sikerült az oxigén jelenlétének kimutatása, amelynek mennyisége az átlagos, $0,6 \mu\text{m}$ méretű kiválásra vonatkoztatva $\sim 3 \times 10^{-16}$ g-nak adódott.

A nitrogén mennyisége a biztos kimutathatósági határ alatt maradt, így annak jelenléte a kiválásokban csak valószínű.

A bór jelenlétét az 5×10^{-17} g kimutathatósági határ ellenére sem tudtuk detektálni.

1. H. Blumtritt, R. Gleichmann magánközlése.
2. A. Barna, Gy. Stark: Met. Trans. 9A, 595 /1978/.
3. M. Pasemann, A. Barna, P. Werner, H.-J. Hagel: Kristall und Technik, 14, 553 /1979/.

SZILICIUM TRANZISZTOROK KÖTÉSDEGRADÁCIÓS

MEGHIHÁSODÁSÁNAK VIZSGÁLATA

Vladár András

Kalmár Gábor⁺

Tóth Attila

Benyovszky Győző⁺

Az EIVRT Ágazati Félvezető Fejlesztési Főosztályán a kötésdegradációval kapcsolatos vizsgálatok olyan stádiumba értek, hogy optikai mikroszkóp mellett pásztázó elektronmikroszkóp /PEM/ és elektronsugaras mikroanalizátor /EMA/ használata vált szükségessé.

Az EIVRT és az MFKI közötti együttműködés keretében folytatott, a kötésdegradáció tanulmányozása terén végzett vizsgálataink során azt tapasztaltuk, hogy az Au-Al intermetallikus fázisok jelenléte, illetve a Kirkendall-üregek kialakulása csak részben felelős a termokompressziós kötés felválásáért. A meghibásodást kiváltó okok között jelentős még az anodikus oxidáció /elektrokémiai korrózió/ is, amely elektromos előfeszítésnél, nedvesség jelenlétében lép fel, valamint a nedvességből és /kémiai/ szennyezősekből származó vegyi korrózió.

Az aluminium vízzel a következő reakcióba lép:

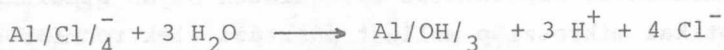


A működés során fellépő magas hőmérséklet miatt a hidratált aluminiumoxid $[\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ viszonylag vízhatlan réteget alkot. Ez a képződmény szekunder elektronokkal kapott képen /SEI/ jól elkülöníthető az intermetallikus fázisoktól, mivel alakja és formája jellegzetes /l. ábra/. Fénymikroszkóppal ez az elkülönítés ilyen biztonsággal nem oldható meg.

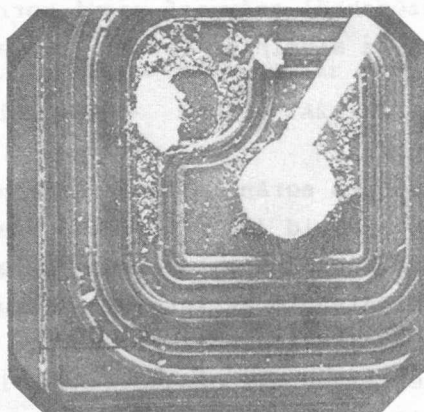
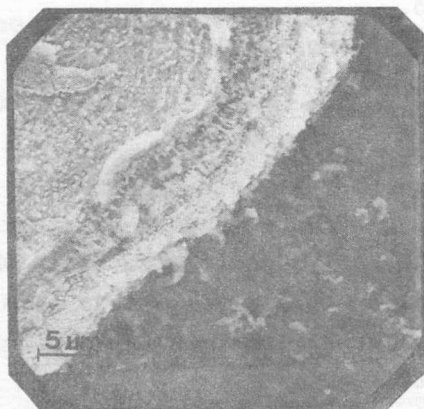
A SiO_2 rétegen a felületi áram $10^{-7} - 10^{-12}$ A között változik a működés során előforduló nedvesség- és hőmérséklettartományban. Az elektronok és mozgó ionok H^+ , OH^- , Cl^- és K^+ által okozott

⁺ EIVRT Ágazati Félvezető Fejlesztési Főosztály, MEO

felületi áram erősen függ az alkalmazott feszültségtől. A felületi áramok fellelésével megindulhatnak a korróziós folyamatok. Az alumínium a kloridionnal a következő, ismert egyenletek szerint lép reakcióba:



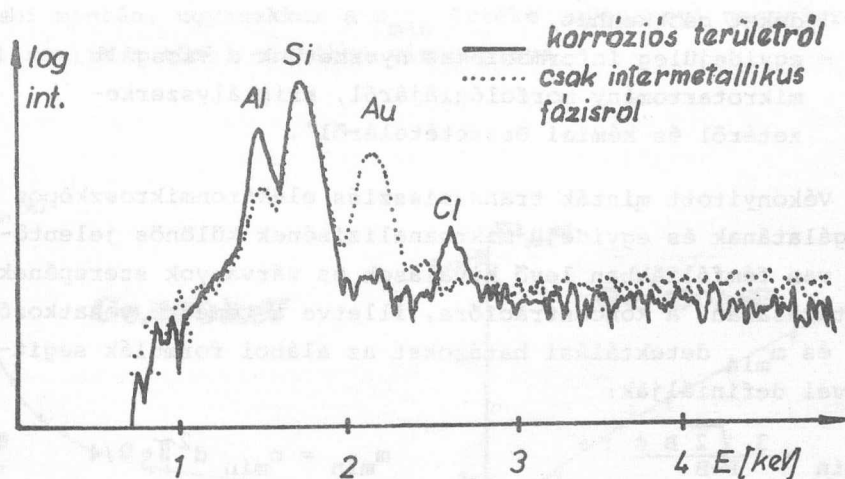
A Cl^- ezen egyenleteken át szakadatlan körfolyamatban van, így a korrózió tartóssá válik. A 2. ábrán jól látható, hogy a kötéstől távol is van korróziós nyom. Energiadiszipperzív röntgenanalízátorral /EDS/ csak intermetallikus fázisokat tartalmazó kötésdegradációs területeket hasonlítottunk össze olyan eszközök kötésdegradációs területével, amelyek korróziós termékeket tartalmaznak.



1. ábra: A bal felső részen viszonylag homogén AuAl intermetallikus fázis, jobbra alul "kukacos" formájú Al/OH/_3 alakzatok láthatók

2. ábra: Még a kötéstől távol is vannak klórtartalmu korróziós termékek

A mért görbe a 3. ábra szerint egyértelműen klórt jelez. A hibás példánynál - közelítő számítás szerint - kb. 6 súly% klór van a degradációs termékben. Hasonlóképpen klórt találtunk meghibásodott, műanyagtokozású /T plastik-/ eszközöknél. A fenti példák bizonyítják, hogy a kötésdegradáció hibamechanizmusát csak megfelelő analizáló eszközökkel /PEM, EMA/ lehet egyértelműen azonosítani.



3. ábra: A kétféle rész EDS spektruma

DETEKTÁLÁSI HATÁROK VIZSGÁLATA VÉKONYRÉTEGEK ELEKTRONSUGARAS MIKROANALIZISÉBEN

Pozsgai Imre N.P. Iljin⁺

Önhordó vékonyrétegek elektronsugaras mikroanalízisét vizsgáltuk hullámhosszdiszperzív röntgenspektrométerrel felszerelt JEOL 100U típusu transzmissziós elektronmikroszkópban. Az ilyen vizsgálatokat az indokolja, hogy az önhordó vékonyrétegek mikroanalízisekor a tömbanyagú mintákhoz képest

- jelentősen javul az analízis laterális felbontóképessége,
- a tömegre vonatkozó detektálási határ nagyságrendeket csökkenhet,
- egyidejűleg információkat nyerhetünk a vizsgált mikrotartomány morfológiájáról, kristályszerkezetéről és kémiai összetételéről¹.

Vékonyított minták transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatának és egyidejű mikroanalízisének különös jelentősége van fémfóliákban levő kiválások és zárványok szerepének tisztázásában. A koncentrációra, illetve a tömegre vonatkozó c_{\min} és m_{\min} detektálási határokat az alábbi formulák segítségével definiálják:

$$c_{\min} = \frac{3 \sqrt{2} B c}{P - B}$$

$$m_{\min} = c_{\min} d^2 \pi g^{D/4}$$

ahol c - az etalonréteg mért komponensének koncentrációja

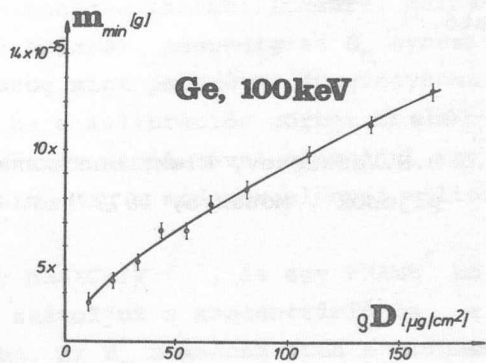
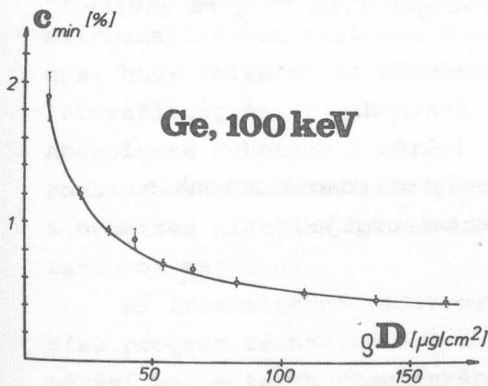
P - az etalonrétegen a csucsban adott t idő alatt mért röntgenimpulzusok száma

B - az etalonrétegen az adott t idő alatt mért háttér-impulzusok száma

⁺GEOHI, Moszkva

d - az elektronsugár átmérője
 gD - a vékony minta tömegvastagsága

Arany és germánium vékonyrétegeken végzett röntgenintenzitás mérések szerint mind a csucsban mérhető $P_{AuM\alpha}$ és $P_{GeK\alpha'}$, mind pedig a megfelelő háttérintenzitások lineárisan függnének a gD tömegvastagságtól 100 kV gyorsító feszültségnél. Ezekből a mérési eredményekből és a fenti formulákból következik, hogy kis rétegvastagságoknál a c_{min} az $1/\sqrt{gD}$ függvény szerint romlik, az m_{min} pedig a \sqrt{gD} szerint javul /1. és 2. ábra/. Az ábrákon megadott értékek 400 s mérési időre vonatkoznak. A bejelölt szakaszok a 80 % megbízhatósági szintnek felelnek meg. A jelenleg meglevő elektronmikroszkópunkban 2-3 nagyságrenddel jobb m_{min} érhető el önholdó vékonyrétegen, mint a megfelelő tömbi mintán, ugyanakkor a c_{min} értéke ugyanennyi nagyságrenddel romlik a tömbi mintához viszonyítva.



1. ábra. A koncentrációra vonatkozó detektálási határ függése a minta tömegvastagságától.

2. ábra. A tömegre vonatkozó detektálási határ függése a minta tömegvastagságától.

Méréseket végeztünk a detektálási határoknak a gyorsító feszültségtől, a besugárzó nyaláb átmérőjétől és - tömbi hordozók esetén - a hordozó anyagi minőségétől való függésére is. Példaként említjük az $1 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ tömegvastagságú Ni önálló vékonyrétegen 100 kV gyorsító feszültségen mért detektálási határoknak a besugárzó nyaláb átmérőjétől való függését /1. táblázat/.

1. Táblázat. A detektálási határok függése a nyalábátmérőtől.

Nyalábátmérő [μm]	c_{\min} [%]	m_{\min} [g]
1,5	3,7	$6,4 \cdot 10^{-16}$
0,2	4,2	$1,3 \cdot 10^{-17}$

Számításaink szerint a nyalábátmérő 20 nm-re való csökkentésével, és nagyobb fényességű elektronágyu alkalmazásával az m_{\min} a fent említett Ni rétegen $1 \cdot 10^{-19}$ g-ra javítható.

1. B.N.Vaszicsev, Elektronnozondovij mikroanaliz tonkih pljonok, Moszkva, 1977 izd. Metallurgija.

FOSZFORSZILIKÁT ÜVEGEK ELEKTRONSUGARAS MIKROANALIZISE

Tóth Attila

Puskás Judit⁺

A gázfázisból kémiai uton leválasztott /CVD/ foszforszilikát üveget /PSG/ széles körben alkalmazzák a félvezető technológiában. Használható diffúziós forrásként, valamint szigetelő és védőréteggként MIS, bipoláris és egyedi eszközökben. A PSG réteg tulajdonságai nagy mértékben függnék a foszfortartalomtól, amelyet egy optimális értékre kell beállítani. Mivel az iparban használt gyors analitikai módszerek nem roncsolásmentesek, valamint nagyméretű mintát és kalibrációt igényelnek, szükségessé vált egy gyors, lokális, pontos és kalibrációt nem igénylő mérés kidolgozása¹.

A kitűzött cél elérhető annak a módszernek² a továbbfejlesztésével, amely az energiadiszperzív spektrumban jelentkező szilícium- és foszforcsúcsok arányának meghatározásán alapul. Ez a módszer gyors, lokális és pontos, ráadásul érzéketlen a mikroanalízisben kritikus elektronáram instabilitására. Hátránya, hogy kalibrációs görbét használ, mégpedig az E_0 gyorsítófeszültség és az elhagyási szög mint paraméter függvényében. Abszolúttá tehetjük a mérést, ha a kalibrációs görbét az elektronsugaras mikroanalízis korrekciós elméletével számoljuk. Így a nehézkes kiértékelés megszűnik, míg a módszer előnyei változatlanok maradnak.

Az intenzitáshányadot egy MAGIC-IV^{3,4}, és egy FRAME⁵ bázisu program felhasználásával számoljuk a koncentráció és a mérési paraméterek függvényében. Az E_0 megadása után a program automatikusan elvégzi az analízist, kiolvassa a csúcsok magasságát, majd másodpercek alatt kinyomtatja az eredményt. A módszernek - más módszerekkel összehasonlítva - számottevő szisz-

⁺Hiradástechnikai Ipari Kutató Intézet

tematikus hibája nincs, ugyanakkor pontossága jobb azoknál ¹.

Nagyszámu PSG mintát analizálva - ellentétben az eddigi mérésekkel - sikerült az elméletileg várt⁶ lineáris összefüggést igazolni a CVD folyamatban használt PH_3/SiH_4 arány és a leválasztott réteg foszfortartalma között.

1. A.L.Tóth, J.É. Puskás: Acta Physica, /megjelenés alatt/.
2. S.E.Ormrod, B.P.Richards; Microelectronics, 8 /3/, 5 /1977/.
3. J.W.Colby; Adv. in X-Ray Anal., 11, 287 /1968/.
4. J.L.Lábár: Magyar Kémiai Folyóirat, /megjelenés alatt/.
5. K.F.J.Heinrich és mások; NBS Tech. Note 719. /1972/.
6. B.J.Baliga, S.K.Ghandi; Journ. of Appl.Phys.44, 390 /1973/.

KORREKCIÓS ELJÁRÁS A RÖNTGENSUGÁRZÁS ABSZORPCIÓJÁRA, VÉKONYRÉTEGEK KVANTITATIV MIKROANALIZISÉBEN

Pozsgai Imre

Amint arról már az MFKI'78 évkönyben¹ beszámoltunk, N.P. Iljinnel közösen kidolgoztunk egy olyan kvantitatív módszert az önholdó vékonyrétegek elektronsugaras mikroanalízisére, amely eltérően valamennyi hasonló módszertől, nem 100%-ra normált koncentrációkat eredményez, hanem a koncentrációk összegének a 100%-tól való eltéréssel a mérés pontosságát jellemzi, továbbá lehetőséget ad a röntgensugárzás abszorpciójának korrekcióba vételére. Jelen munkában ez utóbb említett lehetőség megvalósításával foglalkozunk. Ezt a problémát elméletileg Philibert és Tixier már vizsgálta², de a röntgenabszorpciós korrekciót ténylegesen végrehajtani nem tudták, minthogy ehhez az analizált "pont" tömegvastagságát és kémiai összetételét ismerni kell. Ezeket az adatokat megkaphatjuk a korábban kidolgozott módszerünk segítségével^{3,4}. Egy n-komponensű vékonyrétegből mérhető röntgensugárzás intenzitása a következőképpen írható fel:

$$I_i = k_i c_i s D f_i \quad /i = 1, 2, \dots, n/ \quad /1/$$

ahol c_i - az i-edik komponens koncentrációja

$s D$ - az analizált pont tömegvastagsága

$$k_i = I_i(\text{stand.}) / s D_i(\text{stand.})$$

f_i - a röntgensugárzásnak a mintában való abszorpcióját figyelembe vevő tényező

Feltételezve, hogy a röntgensugárzás gerjesztésének mélységi eloszlásfüggvénye $\varphi(s z, s D)$ az adott tömegvastagság tartományban konstans, /amit kísérleti úton igazoltunk/, levezethető, hogy

$$f_i = 1 - (\mu / s)_i^{\text{minta}} \cdot \text{cosec}(\theta) s D / 2 \quad /2/$$

ahol $(\mu/\rho)_i^{\text{minta}}$ - a minta i -edik komponensének mért röntgenvonalára vonatkozó tömegabszorpciós együtthatója

θ - a röntgensugárzás kilépési szöge az analizátor felé

A minta tömegabszorpciós együtthatója kifejezhető az egyes komponensekével:

$$(\mu/\rho)_i^{\text{minta}} = \sum_j c_j (\mu/\rho)_i^j \quad /3/$$

ahol $(\mu/\rho)_i^j$ - a minta j -edik komponensének az i -edik komponens mért röntgen vonalára vonatkozó tömegabszorpciós együtthatója

A röntgensugárzás abszorpciójának számítása iteratív módon történik. Az első lépésben meghatározzuk a c_i és ρ értékeket, aminek alapját a vékony mintán és vékony etalonokon végzett röntgenintenzitás és transzmittált elektronintenzitás mérése képezi^{2,3}. Ebben az első lépésben még azt tételezzük fel, hogy abszorpció nincs, azaz $f_i = 1$. Az így kapott közelítő c_i és ρ értékekkel meghatározzuk f_i mennyiségét a /2/ és /3/ egyenletek segítségével, majd f_i ismeretében c_i és ρ tovább pontosítható.

Az eljárás hatékonyságát háromkomponensű Al-Ni-Cu "szendvicsrétegen" mutatjuk be /I. táblázat/. Az analizist JEOL 100 U típusu hullámhosszdiszperzív röntgenspektrométerrel felszerelt transzmissziós elektronmikroszkópban, 100 kV gyorsító feszültségen végeztük.

I. táblázat. Al-Ni-Cu réteg analízise

	$\rho [\mu\text{g}/\text{cm}^2]$	$c_{\text{Al}} [\%]$	$c_{\text{Ni}} [\%]$	$c_{\text{Cu}} [\%]$	$\sum_i c_i [\%]$
Korrekció nélkül	143,6 \pm 8,4	17,6 \pm 6,2	34,7 \pm 4,4	38,5 \pm 4,5	90,8 \pm 15,1
Korrekcióval	148,5 \pm 5,0	27,5 \pm 1,5	33,5 \pm 1,0	37,2 \pm 1,5	98,2 \pm 4,0

A táblázatból látható, hogy az Al koncentrációja 17,6%-ról 27,5%-ra nőtt, miután korrekcióba vettük az AlK_{α} sugárzásnak a mintában végbement abszorpcióját. Ugyancsak figyelemreméltó, hogy a koncentrációk összege a korrekciós eljárás eredményeként 90,8 %-ról 98,2%-ra nőtt.

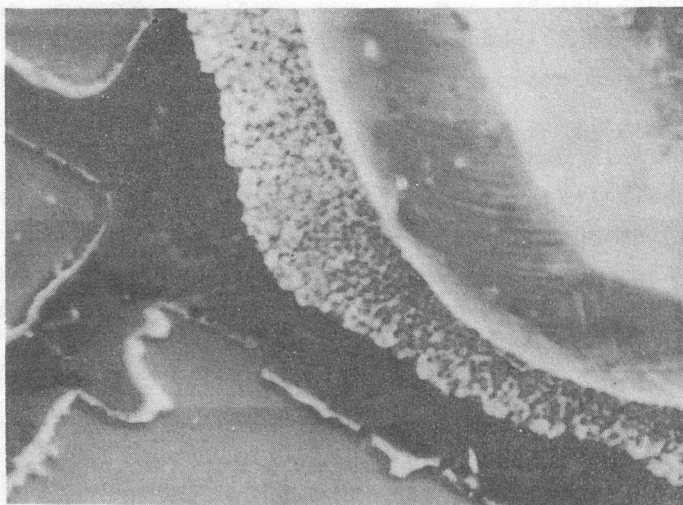
1. I.Pozsgai, N.P. Ilyin
MFKI'78 Yearbook, p.103.
2. J.Philibert, R.Tixier, in: Physical Aspects of Electron Microbeam Analysis /B.M.Siegel, D.R.Beaman, eds./
333-354. Wiley, New York, 1975.
3. N.P. Ilyin, I.Pozsgai, Mikrochimica Acta, Suppl.8,
213-228, 1979.
4. Pozsgai I. Kandidátusi értekezés, Moszkva, 1979.

Ferenczi György

Somogyi Mária

GaP alapu világító diódák fénykibocsátása tartós üzemelés során jelentősen csökken. Vizsgálataink kimutatták, hogy a degradáció igen komplex folyamat, több egyidejűleg ható mechanizmus kölcsönhatásában írható csak le. Az egyes mechanizmusok relatív erőssége függ a környezeti feltételektől / hőmérséklet, páratartalom stb./. Az egyidejűleg fellépő hatások közül két domináns mechanizmus emelkedik ki:

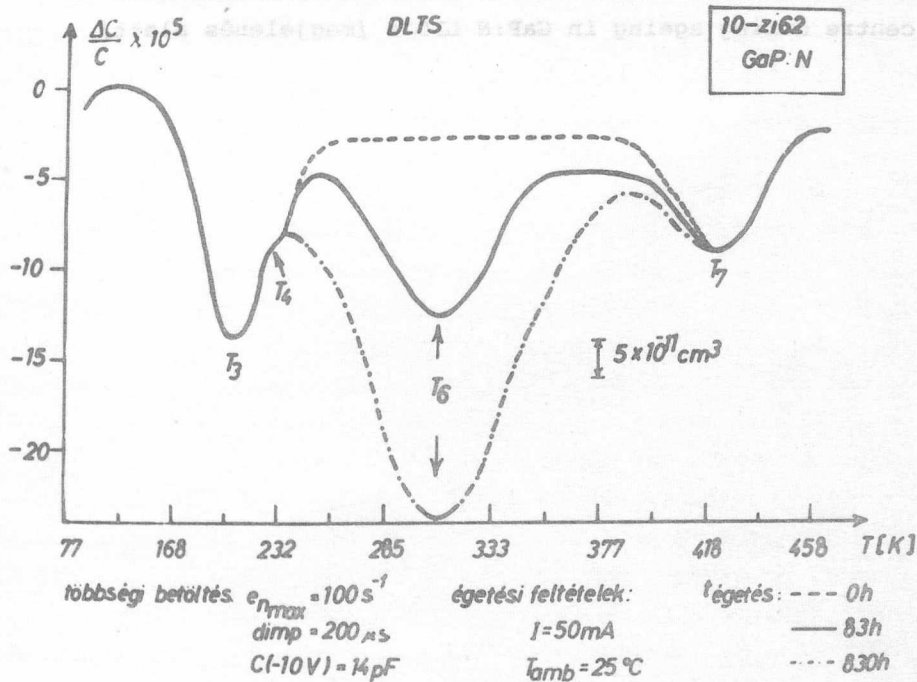
A/ Bizonyos diódatípusoknál a p oldali ohmos kontaktus Al, amelyhez Au dróttal történik az árambevezetés. Az AuAl határfelületen hosszabb üzemelés során /500 h vagy több/ AuAl₂ intermetallikus elegyfázis kialakulása figyelhető meg /1. ábra/. A biborpestis kialakulása először a soros ellenállás megnövekedéséhez, majd a drót elszakadásához vezet¹.



1. ábra: AuAl₂ biborpestis kialakulása szobahőmérsékleten 830 órán át 75 mA munkaponti árammal üzemeltetett GaP:N világító diódán

B/ - A félvezetőkben lejátszódó folyamatok a p-n átmenet közvetlen környezetében figyelhetők meg. A világitásért felelős sugárzásos rekombinációs mechanizmusok mellett a töltéshordozók jelentős része nem sugárzásosan rekombinálódik. Az így felszabaduló energia bizonyos esetekben pontthibák generációját idézi elő. A keletkező centrumok megnövelik a nem sugárzásos rekombinációs folyamatok valószínűségét, és ezáltal növelik az ilyen folyamatok részarányát a sugárzásos átmenetek rovására. A fent leírt mechanizmus a kvantumhatásfok csökkenéséhez, vagyis szintén degradációhoz vezet.

Nem sugárzásos rekombinációs centrumok mélynívó-spektroszkópiával vizsgálhatók. A módszer alkalmas arra is, hogy nyomon kövesse az ilyen centrumok koncentrációjának változását degradáció során /2. ábra/.



2. ábra: Hatásos nem sugárzásos rekombinációs centrum kialakulása GaP:N világitó diódában

Kimutattuk, hogy az ábrán T_6 -tal jelölt centrum koncentrációjának növekedési sebessége arányos a kvantumhatásfok csökkenési sebességével.

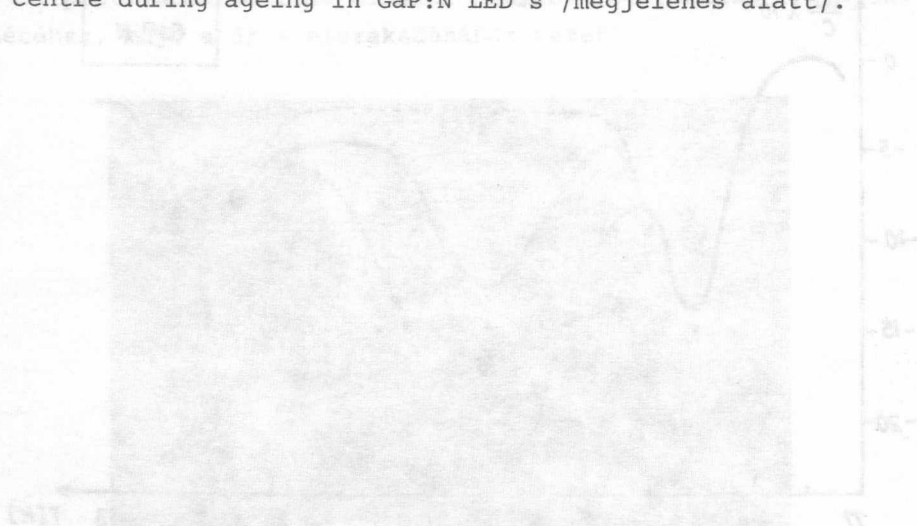
A centrum tulajdonságainak vizsgálatából következtetni tudunk arra, hogy a kationvakanciák nagy koncentrációja okozza ezt a típusú degradációt².

1. G.Ferenczi, M.Somogyi

Au:Al intermetallic formation on GaP /megjelenés alatt/.

2. G.Ferenczi

Formation of an effective non-radiative recombination centre during ageing in GaP:N LED's /megjelenés alatt/.



ALAPOZÓ KUTATÁSOK

GaAs KONTAKTUSRÉTEGEK EPITAXIÁS SZINTÉZISE VÉKONY
SZILÁRD- VAGY FOLYADÉKFÁZISBAN

Mojzes Imre

Szigethy Dezső

Sebestyén Tibor

Gergely György

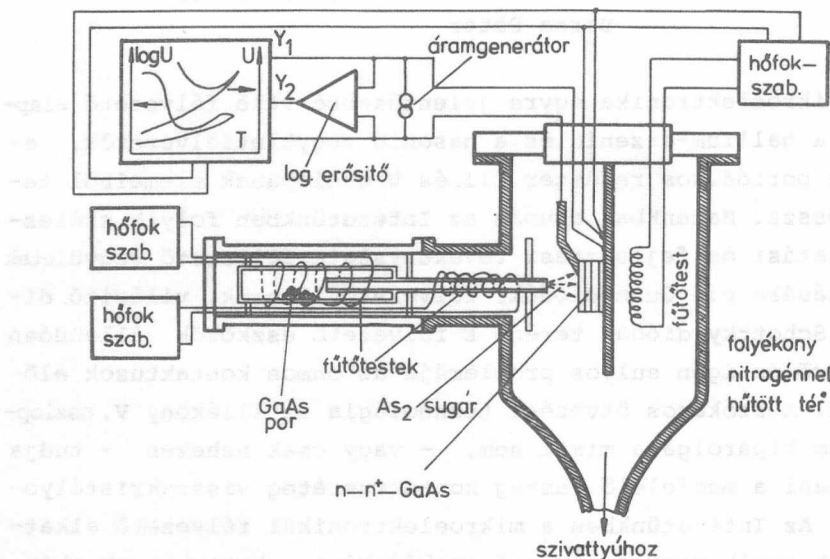
Barna Péter

A mikroelektronika egyre jelentősebbé váló félvezető alapanyagai a gallium-arzenid és a hasonló vegyületfélvezetők, amelyek a periódusos rendszer III. és V. oszlopának elemeiből tevődnek össze. Hazánkban csupán az Intézetünkben folyik széleskörű kutatási és fejlesztési tevékenység e félvezető vegyületek alkalmazására pl. Gunn-diódák, félvezető lézerek, világító diódák és Schottky-diódák terén. E félvezető eszközök állandóan visszatérő és igen súlyos problémája az ohmos kontaktusok előállítása. A szokásos ötvözési technológia az illékony V. oszlopbeli elem kipárolgása miatt nem, - vagy csak nehezen - tudja biztosítani a megfelelő vastag kontaktusréteg visszakristályosodását. Az Intézetünkben a mikroelektronikai félvezető alkatrészeknek egyik fontos alapozó munkájaként a kontaktusok kialakulásának és tulajdonságainak a kutatását tűztük ki célul.

Az 1. ábrán látható kísérleti elrendezés segítségével a galliumtartalmu fémkontaktussal ellátott GaAs minta felületére arzén molekulásugarat irányítottunk az ötvözés közben. Feltételezésünk szerint a kontaktusfémbe diffundáló arzén a már előzőleg bevitt galliummal szintetizálódva epitaxiás réteggént válik le a GaAs szubsztráton. E feltevésünket megerősítették az ötvözés közben és utána felvett áram-feszültség karakterisztikák is. Ez az eljárás az ún. vékony fázisu epitaxia¹ /Thin Phase Epitaxy/ egyik olyan megvalósítása², amely egyszerűségénél fogva az eljárás széleskörű alkalmazását gyorsíthatja meg.

A kísérleteink során a GaAs alapanyagú Gunn-diódák ohmos kontaktusaihoz szokásosan használt AuGe, AuGeNi, SnAg és InGeAg vákuumpárologtatott fémrendszereket és az egyenirányító Schottky-kontaktusok néhány fémrendszerét /Au, Ag, AuCr, AuNi és AgNi/ vizsgáltuk.

Az eredményeket a mikrohullámu félvezető eszközök fejlesztésében fogjuk alkalmazni.



1. ábra: A kísérleti elrendezés vázlatos rajza

U = a mintán eső feszültség

T = hőmérséklet

X, Y_1, Y_2 az író bemenetei

1. T. Sebestyén, H.L. Hartnagel and L.H.Herron:

"Thin-Phase Epitaxy for good semiconductor metal ohmic contacts" IEEE Trans.Electron Devices, ED-22, 1073 /1975/.

2. I.Mojzes, T.Sebestyén, B.P.Barna, Gy.Gergely and D.Szigethy:

"Gallium plus metal contacts to gallium arsenic alloyed in an arsenic molecular beam"

Thin Solid Films, 61, 27 /1979/.

GaAsSb EPITAXIÁS NÖVESZTÉSE INFRAVÖRÖS

FÉNYFORRÁSOK CÉLJÁRA

Lendvay Ödön

Görög Tamás

A ternér GaAsSb és a kvaternér GaAlAsSb rendszereket egyre szélesebb körben alkalmazzák az optikai hírközlésben. Jelenleg három kutatóhelyen sikerült kifejleszteni száloptikához illeszthető, egyszerű és kettős heteroepitaxiális szerkezeteket.

A fenti fényforrásokról korlátozott számban megjelent közlemények csak néhány adatot közöltek az antimontartalmu három-, és négykomponensű anyagok kialakulására, epitaxiális növekedésére, valamint a rendszerben lezajló adalékolási és szegregációs effektusokra vonatkozóan.

Intézetünkben sikeres kísérleteket folytattunk a kevés antimont tartalmazó GaAsSb és GaAlAsSb rendszerek növesztésére. /100/ orientációjú GaAs hordozókristály felületére horizontális folyadékfázisu epitaxiás berendezéssel egyszerű epitaxiális rétegeket növesztettünk a rétegnövesztés mechanizmusának tanulmányozására. A növesztések hőmérséklettartománya $700-780^{\circ}\text{C}$ volt. Az egyréteges szerkezetek kialakítására mind izotermális, mind az egyensúlyhoz közeli hűtési technikát alkalmaztunk. A rétegek összetételének, illetve tiltott sávjának meghatározására 5 K hőmérsékleten fotolumineszcenciás méréseket hajtottunk végre. A rétegek összetételét elektronmikropróba-analizissel, morfológiájukat pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatokkal határoztuk meg. Izoterm felnövesztés esetén megállapítottuk, hogy adalékolás nélkül kis ellenállású $\rho = 10^{-2}\text{ ohmcm/}$, p típusu $\text{GaAs}_{1-x}\text{Sb}_x$ keletkezik $0,005 \leq x \leq 0,15/$.

A félszigetelő GaAs kristályokon növesztett rétegekben szobahőmérsékleten a lyukmozgékonyosság $260-280\text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ volt, a lyukkoncentráció pedig $5 \cdot 10^{17} - 2 \cdot 10^{18}\text{ cm}^{-3}$ között változott. Mind az adalékolatlan rétegek típusa, mind a viszonylag magas lyukkoncentráció összhangban van a GaAsSb, illetve a GaAlSb tulajdonságaival, amely anyagoknál a többségi töltéshordozók

nem adalékolás, hanem a sztöchiometriától való eltérés következtében jönnek létre. Az epitaxiás rétegek mikroszondás vizsgálata azt mutatta, hogy izoterm növesztésnél elsősorban egy arzénben dúsz réteg épül fel, majd az antimon koncentráció gyorsan elér egy egyensúlyi értéket. Kis hűtési sebességeknél a réteg összetétele drasztikusan megváltozik, ha a rendszert a peritektikus hőmérséklet alá hűtjük $/745 \pm 5^\circ\text{C}/$, és az olvadásfázis összetételétől függetlenül nagy antimontartalmu $/x \geq 0,61/$ vagy tiszta gallium-antimonid réteg válik le. A rendszernek ez a viselkedése lehetővé teszi, hogy folyadékepitaxiás kísérletekkel a fázisdiagramm finom részleteit is megismerjük. Az említett kísérletek során határoztuk meg azokat a feltételeket, amelyek lehetővé tették ötrétegű, kettős heteroepitaxiás szerkezetek növesztését. Ezekben az aktív réteg GaAsSb , az injektáló réteg pedig GaAlAsSb volt. Az ötrétegű szerkezetek növesztésére - a GaAlAs heteroepitaxiás lézerek előállítására is alkalmas - több olvadékot tartalmazó, horizontális folyadékepitaxiás rendszereket használtunk. E szerkezetek aktív rétegének vastagsága $0,8 - 1,5 \mu\text{m}$, az antimontartalma pedig $x \approx 0,12$ volt. A germániummal és a tellurral adalékolt p, illetve n típusu $\text{Ga}_{1-y}\text{Al}_y\text{As}_{1-x}\text{Sb}_x$ rétegekben az Al tartalom $0,1 \leq y \leq 0,4$ volt, a rétegek vastagsága pedig $3-6 \mu\text{m}$ között változott. Megfelelő kontaktálási és eszközfejlesztési módszerek alkalmazása után ezeket a szerkezeteket kívánjuk továbbfejleszteni nagyteljesítményű, $1 \mu\text{m}$ -nél hosszabb hullámhosszon emittáló infravörös fényforrásokhoz.

Ni-Cr ELLENÁLLÁSRÉTEGEK SZERKEZETI ÉS ELEKTROMOS
TULAJDONSÁGAINAK SZIMULTÁN KÖVETÉSE IN-SITU
ELEKTRONMIKROSKÓPIÁVAL A HŐKEZELÉS FOLYAMÁN

Barna Árpád

Barna Péter

Lomniczy Mária⁺

A Ni-Cr vékonyréteg ellenállásokat széles körben alkalmaz-
zák az elektronikai áramkörökben. A tulajdonságok javítása /pl.
az ellenállás T_k hőmérsékleti tényezőjének csökkentése/, a gyár-
tás megbízhatóságának fokozása, a stabilitás növelése a techno-
lógia fejlesztését igényli. Ennek előfeltétele a szerkezet és
a szerkezetben végbemenő változások mélyreható ismerete.

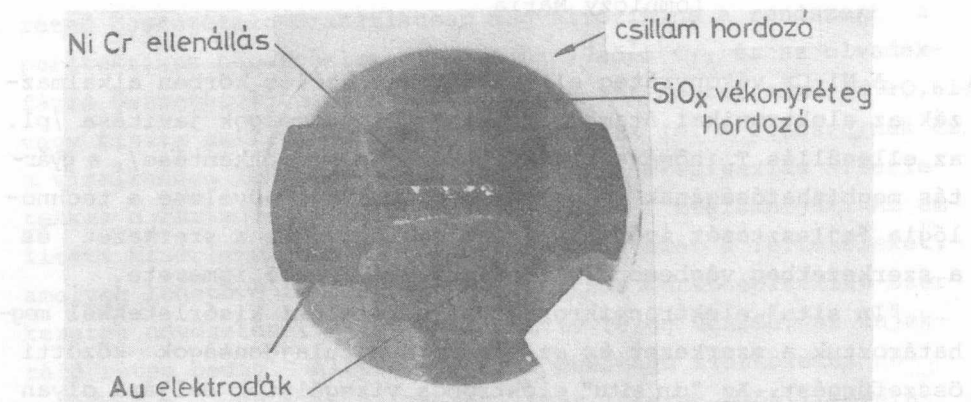
"In situ" elektronmikroszkópos hőkezelési kísérletekkel meg-
határoztuk a szerkezet és az elektromos tulajdonságok közötti
összefüggést. Az "in situ" elektromos vizsgálatok céljára olyan
sajátos mintát alakítottunk ki /1. ábra/, amely lehetővé tette,
hogy az ellenállásréteget és annak kristályszerkezetét elektron-
mikroszkópos és elektrondiffrakciós módszerrel az ellenállás-
réteg teljes hosszában vizsgáljuk, s ezzel egyidejűleg mérjük
az elektromos ellenállását és annak hőmérsékleti tényezőjét. A
2. ábra a hőkezelés folyamán a minta T_H hőmérsékletének idő-
beli változása közben mérhető R mintaellenállást és T_k hőmér-
sékleti tényezőt mutatja, a 3. ábra pedig a 2. ábra egyes pont-
jaihoz tartozó szerkezeteket ábrázolja.

A hőkezelés alapján megállapítható volt, hogy

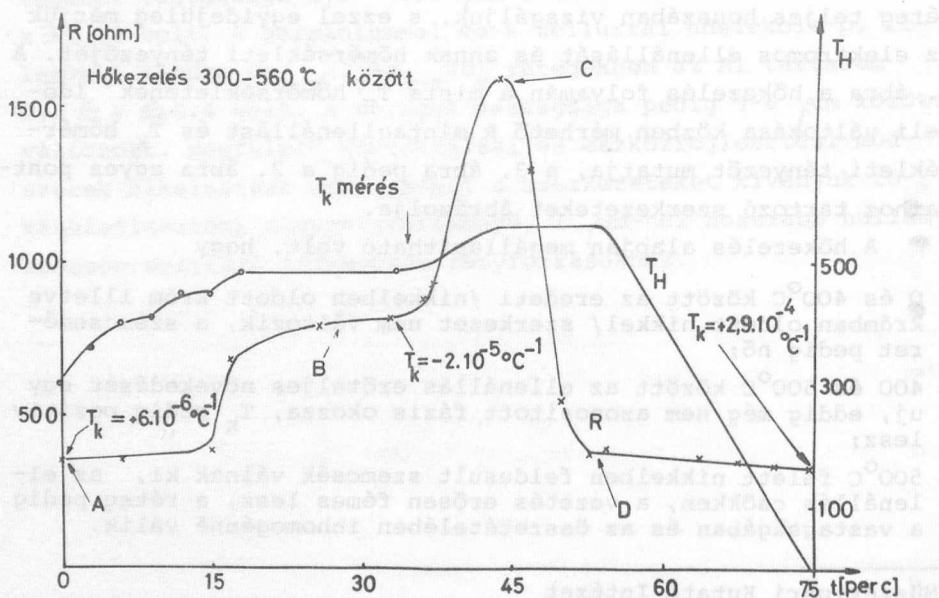
- 0 és 400°C között az eredeti /nikkelben oldott króm illetve
krómban oldott nikkel/ szerkezet nem változik, a szemcsemé-
ret pedig nő;
- 400 és 500°C között az ellenállás erőteljes növekedését egy
uj, eddig még nem azonosított fázis okozza, T_k pedig pozitív
lesz;
- 500°C felett nikkelben feldusult szemcsék válnak ki, az el-
lenállás csökken, a vezetés erősen fémes lesz, a réteg pedig
a vastagságában és az összetételében inhomogénné válik.

⁺Műszeripari Kutató Intézet

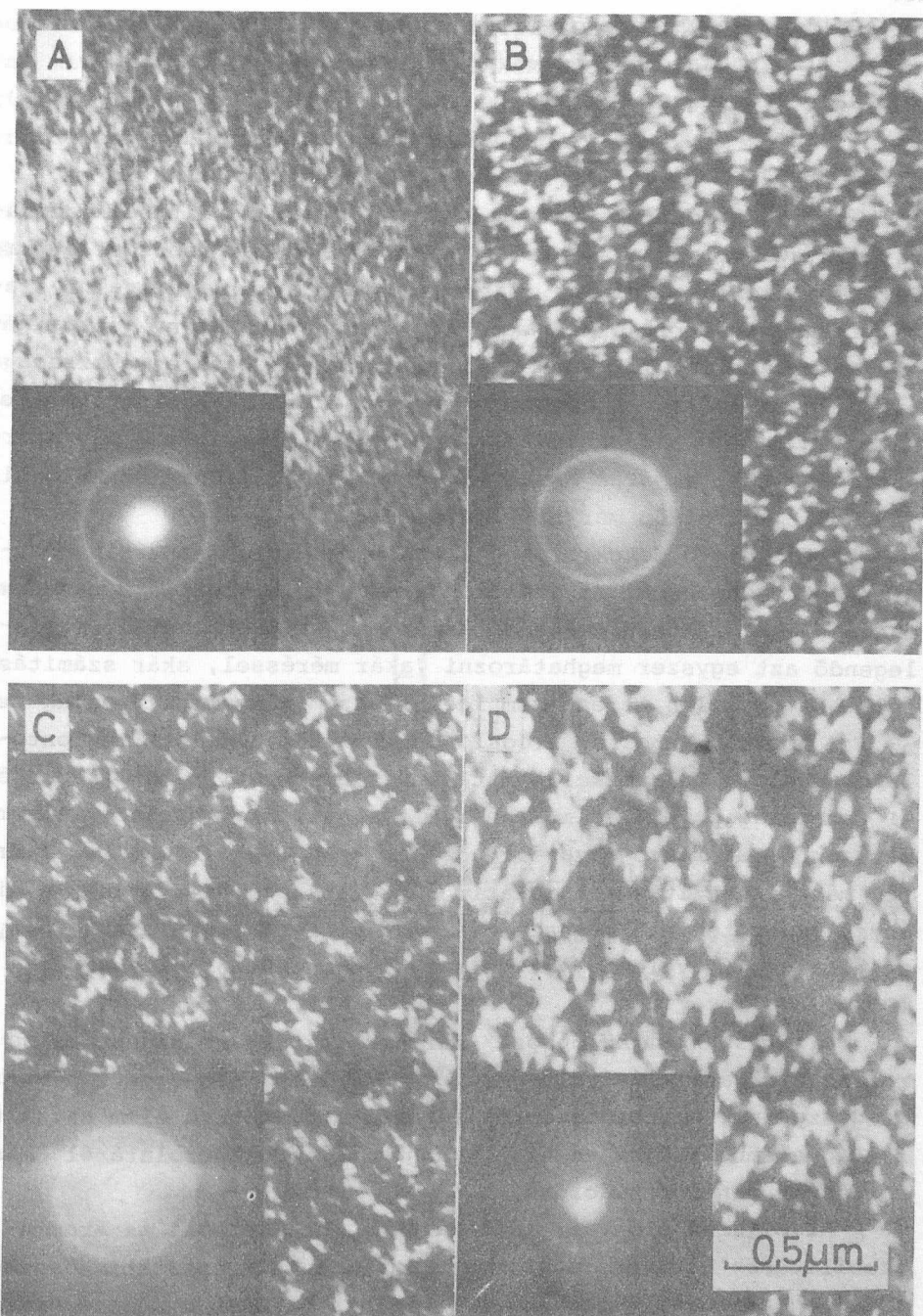
Megfigyelhettük még, hogy az áramimpulzusok hatása a hőkezelés hatásával azonos, valamint hogy a rétegek elektromos vezetésének a hőkezelés alatt bekövetkező változása elsősorban a szerkezetváltozás, nem pedig az oxidáció következménye.



1. ábra



2. ábra



3. ábra

ETALON NÉLKÜLI KVANTITATIV, ENERGIADISZPERZIV
RÖNTGEN-MIKROANALIZIS

Lábár János

A modern ipar igényeinek megfelelően az analitikai laboratóriumi gyakorlatban szinte az egész periódusos rendszer előfordulásával kell számolnunk. Másrészt gyakran kell vizsgálni szabálytalan geometriájú mintákat, ami a kapott eredmény pontosságát eleve korlátozza. Ilyen esetekben érdekesebb a mérés gyorsaságára, mint maximális erőfeszítéssel is csak elhanyagolhatóan növelhető pontosságára koncentrálni. Ezért vált szükségessé egy gyors, etalon nélküli eljárás hazai megvalósítása¹. /Ehhez hasonló eljárásokat külföldön már alkalmaztak./

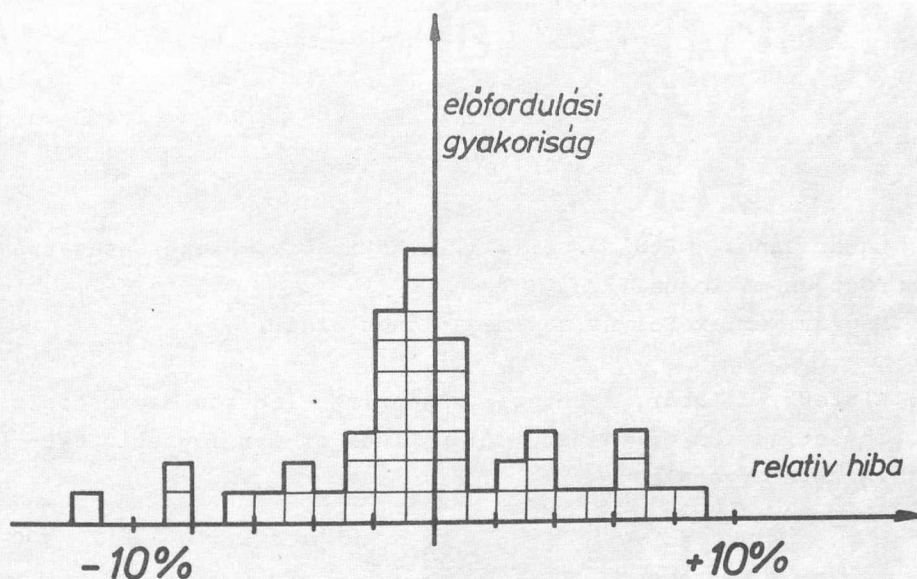
A félvezető detektorokon alapuló, energiadiszperziv röntgenspektrométereknél az etalonokon mért I intenzitás Z rendszám-függése a készülékre jellemző és éveken át változatlan. Így elegendő azt egyszer meghatározni /akár méréssel, akár számítással/. Mi egyetlen mérést sem igénylő számítással határoztuk meg az I/Z függvényt. Ehhez az irodalomból vettünk elméleti megfontolásokon alapuló ionizációs hatáskeresztmetszeti, fékező képességi /stopping power/ és mélységi eloszlási függvényeket, valamint mérésekből származó anyagállandókat. Ezen I/Z értékekkel a mintán mért intenzitásokat relatív intenzitásokká alakítjuk, a hiányzó szorzótényező meghatározásához pedig feltételezzük, hogy az általunk figyelembe vett elemek koncentrációinak összege 100 %.

Eljárásunkkal különböző karakterisztikus röntgenvonalsorozatok felhasználásával végezhető analízis, sőt egyetlen /energiadiszperziv spektrométerrel mérhetetlen/ könnyű elem hatását is figyelembe tudjuk venni, ha annak kémiai kapcsolatáról más forrásból van információnk.

Az eljárás előnyei: időtakarékos, kiküszöböli az áraminstabilitások hatását, etalonok hiányában is kvantitativ összetételmeghatározás végezhető. Jól felhasználható a módszer azonos

geometriájú minták vagy mintarészletek közti összehasonlítás - ra, mivel a hiba szisztematikus jellegű, így összehasonlításnál kiesik. Ezt figyelembe véve alkalmaztuk a módszert pl. gránát-kristályok striation-vonalainak tanulmányozásához².

Az eljárás kipróbálására ismert összetételű mintákat analizáltunk. A 46 mérés relatív hibáinak eloszlása látható az 1. ábrán.



1. ábra

Az ábra szerint a relatív hibák döntő többsége $\pm 10\%$, a fele pedig $\pm 2\%$ intervallumon belül van. Eljárásunk hasznosnak bizonyult GaAs eszközök, NiCr és NiP ellenállások, valamint többkomponensű gránátkristályok vizsgálatánál. Az utóbbiak analizésére -etalonok híján- máshol nem nyílt lehetőség. Az általunk számolt I/Z/ függvényt a foszforszilikát üvegek analizáló kalibrációs görbéjének származtatásánál is felhasználták³. Az eljárás jól alkalmazható a ferritkutatásban is⁴.

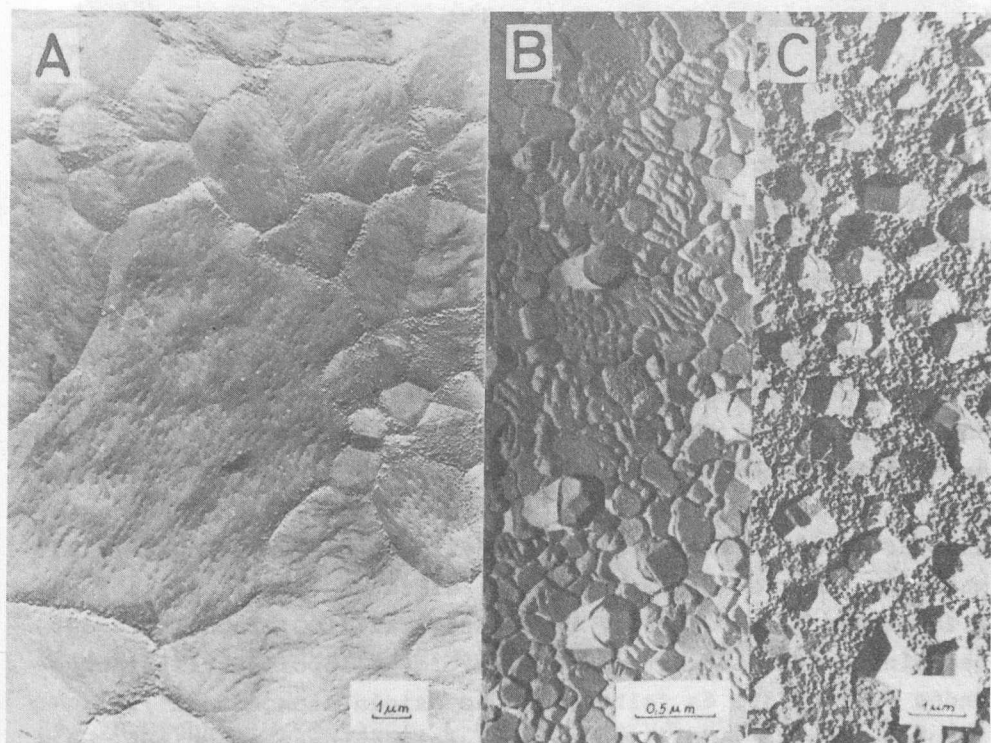
1. Lábár János: Etalon nélküli, kvantitativ, elektronsugaras röntgen mikroanalízis
Magyar Kémiai Folyóirat /megjelenés alatt/.
2. E.Sterk, J.Lábár, É.Beregi: Scanning Electron Microscopic Investigation of the Striation Lines of Gyromagnetic CVB-Single Crystals
/megjelenés alatt/
3. Tóth A., Puskás J.: Energy Dispersive X-Ray Microanalysis of Phosphosilicate Glasses
/Vákuumfizikai Konferencia, Győr, 1979. 28. old./
4. E.Sterk, J.Lábár: Significance of Scanning Electron Microscopy in the Development of Polycrystalline and Single Crystal Gyromagnetic Oxides
/megjelenés alatt/

HALMOK KÉPZŐDÉSE AZ ALUMINIUM VÉKONYRÉTEGEK FELÜLETÉN

Fikry M. Reicha⁺

Barna Péter

A vákuumpárológatással előállított vékonyrétegek felületi morfológiájának vizsgálata feltárta az oxigénnek a rétegnövekedésben betöltött szerepét. Egyértelmű összefüggés van a hordozó felületegységére beütköző Al atomok és a maradék gáz oxigén atomjainak aránya ($K_{\text{oxigén}} = \frac{N_{\text{oxigén}}}{N_{\text{Al}}}$); valamint a felületi morfológia és a szemcseméret között /1. ábra/.



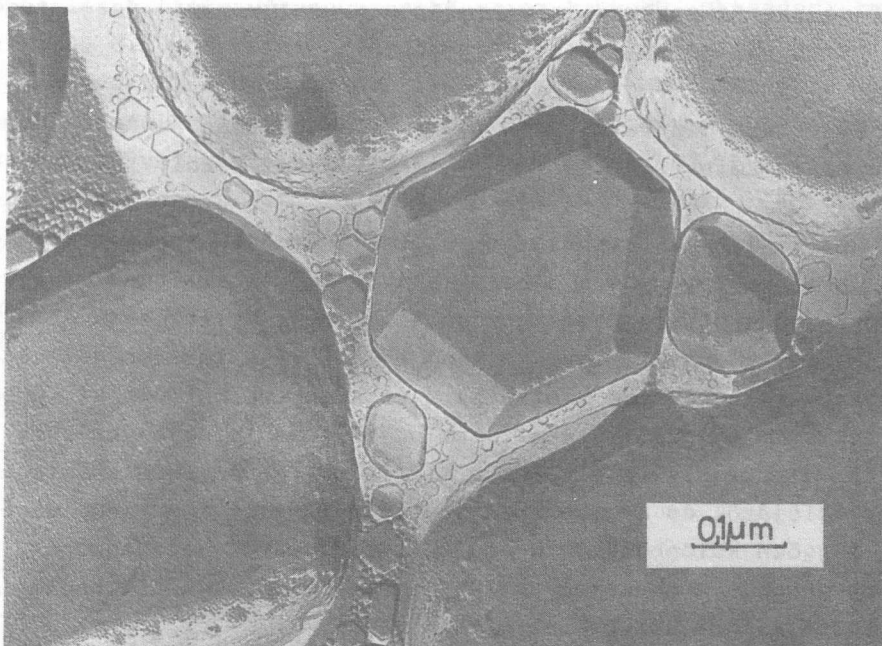
1. ábra: a/ $K_{\text{oxigén}} \approx 10^{-3}$; b/ $K_{\text{oxigén}} \approx 10^{-1}$;
c/ $K_{\text{oxigén}} \approx 1$

⁺ Aspiráns az alexandriai egyetemről

A vizsgálatok a halmoknak két típusát tárták fel: A nagy egykristályok felületén belül képződő halmok /I. típus/ és a réteg felületének átlagsíkjaiból kinövő egyes kristályok /II. típus/.

Nagymértékű oxigénbeépülés esetén egy kevert rétegszerkezet alakul ki: apró kristályok halmaza / egymásra és egymás mellé nőtt kristályok/ és ebben egyes nagyméretű, jól kifejezett, egykristálylapokkal határolt kristályok. A halmok kialakulása az oxigén atomok sajátos beépülésével értelmezhető. Az I. típusu halmok képződése az oxigén atomoknak a növekedési lépcsőkön "előzetes" állapotban való megkötésével, a gyengén kötött oxigén atomok és új Al atomok helycseréjével, illetve azzal értelmezhető, hogy a növekedési lépcsők az oxigén atomokat magukkal sodorják. Így itt az oxigén atomok koncentrációja fokozatosan nő, és egy kritikus helyi koncentráció elérésekor a szilárd oxidfázis magjai keletkeznek. Ebből kiindulóan igen gyorsan kialakulhat a lépcsőket fedő oxidréteg, s így a kristálynövekedés itt megszűnik. Lépcsőcsoportok jönnek létre, amelyek a halmokat határolják¹.

A II. típusu halmokat sajátos helyzetű és növekedésű kristályok képezik, amelyeket /100/ és /111/ lapok határolnak. A csillám hordozóra felvitt rétegek² vizsgálata megmutatta, hogy az oxid fedőréteg kialakulása az /111/ lapok közötti éleken indul meg, míg az /100/ és /111/ lapok közötti élek épek maradnak /2. ábra/. A legutóbbi felületvizsgálati eredmények^{3,4} kimutatták, hogy az oxigén atomok az előzetes kötési állapotban a felületen ülnek az /111/ lap esetén, az /100/ lapnál viszont beépülnek a felületi atomi rétegbe. Így a lépcsős kristálynövekedés összegyűjti és felhalmozza az oxigén atomokat az /111/ lapokon, míg az /100/ lapokon azok folyamatosan beépülnek a kristályszerkezetbe. Ezzel magyarázható az egyes kristályok orientáció szerinti kiválasztódása, az oxigén szelektív beépülése és felhalmozódása, s esetenként tükriskristályok növekedése^{5,6}.



2. ábra

1. Á. Barna, P.B.Barna, G.Radnóczy, F.M.Reicha and L.Tóth, phys.stat.sol. /a/ 55, 427 /1979/.
2. A mintákat dr.V.Stary /Vákuumfizikai és Elektronikai Intézet, Károly Egyetem, Prága/ készítette és bocsátotta rendelkezésünkre.
3. C.W.B.Martinson and S.A.Flodström, Surface Sci. 80, 306 1979.
4. R.Michel, J.Castaldi, C.Allasin, C.Jourdan and J.Dersien, /megjelenés alatt/.
5. F.M.Reicha, P.B.Barna, Acta Physica Hung. /megjelenés alatt/.
6. P.B.Barna, A.Barna, Z.Paál, Acta Phys. Hung. /megjelenés alatt/.

KÉMIAI ÉS SZERKEZETI VÁLTOZÁSOK AMMÓNIUM-META- ÉS
PARAWOLFRAMÁTOK HŐKEZELÉSEKORFarkasné Jahnke Mária
Benes EdinaGrósz Tamás
Vadasdi Károly

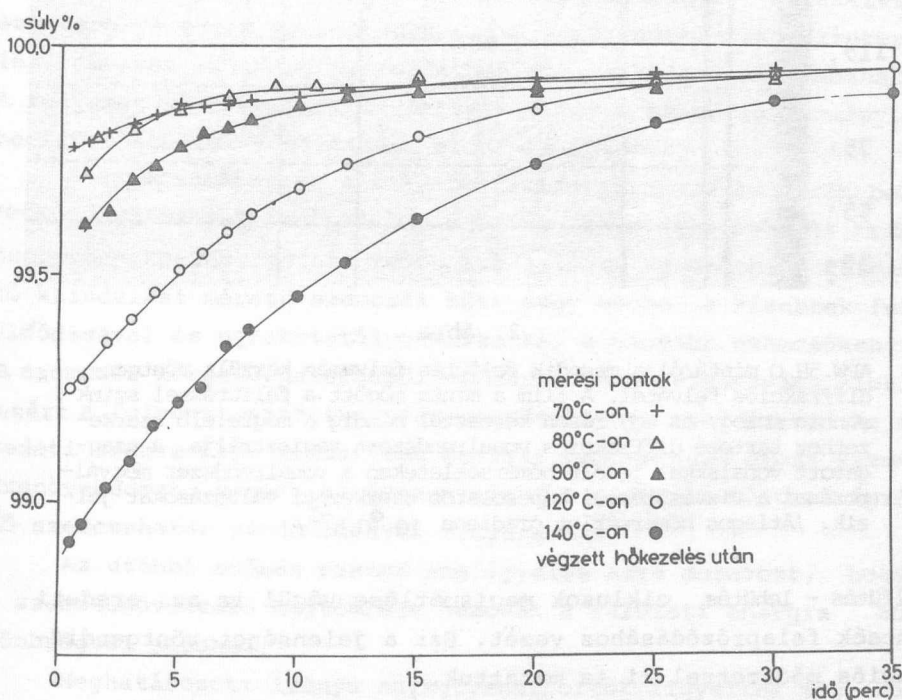
Az izzólámpaipar céljaira szolgáló ammónium-parawolframátok /APW/ hagyományos módszerekkel történő előállítása nagy mennyiségű, környezetszennyező melléktermék keletkezésével jár. Az APW elektrodializissel történő előállítása lehetőséget ad a környezetszennyezés minimálisra csökkentése mellett az ércfeltáráshoz használt értékes nátrium-hidroxid visszanyerésére is. Az elektrodialízis során a dializátum hőmérsékletétől, koncentrációjától és a membránon átvitt wolframát ion mennyiségétől függően különböző para- és metawolframátok képződhetnek, ezért ennek a rendszernek alapos ismerete a helyes technológia megtervezéséhez nélkülözhetetlen.

Vizsgálataink ezért egyrészt a parawolframátok mellett keletkező metawolframát módosulatok keletkezési körülményeinek és viselkedésének tisztázására irányultak, másrészt a gyártás szempontjából legfontosabb parawolframát módosulat, az APW $\cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$ szerkezeti és kémiai átalakulását követtük nyomon az üzemi száritási hőfokokat magában foglaló hőmérséklettartományban.

Az ammónium-metawolframátok /AMW/ két szakásos előállításának módszere, az APW oldat wolframsavval, illetve erős savval végzett savanyítása különböző mennyiségű kristályvizet tartalmazó AMW módosulatok keverékét eredményezi. A legtöbb kristályvizet tartalmazó AMW módosulat jó minőségű egykristály formájában is előállítható, rácsának periódushossza három, egymásra merőleges irányban 1,24; 1,24 és 1,72 nm. Anyaoldatából kiemelt egykristály azonban már szobahőmérsékleten irreverzibilisen átalakul, vízvesztést követő gyors rekrisztallizációval fehér kristálykák halmazára esik szét. Valamennyi, különböző mennyiségű kristályvizet tartalmazó és egymásba könnyen átalakuló AMW módosulat magas 300°C / hőmérsékleten végzett impulzusszerű

hőkezelés hatására "amorfozódik", azaz több WO_6 oktaédert tartalmazó, 0,85 nm átmérőjű egységekké bomlik szét.

A gyártás szempontjából leglényegesebb ammónium-parawolframát módosulat, az $\text{APW} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ magashőmérsékletű röntgendiffrakciós technikával végzett vizsgálata is kristályviz távozásával kapcsolatos szerkezeti változást mutatott 65 és 95°C környékén /1. ábra/.

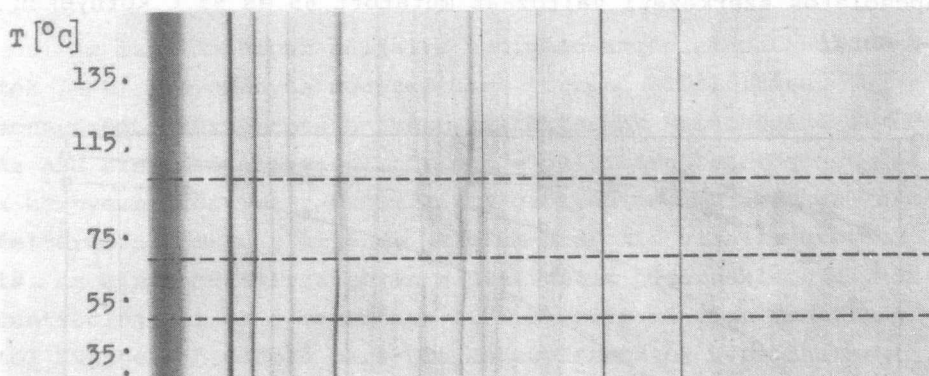


1. ábra

A különböző hőmérsékletű hőkezelések során $\text{APW} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ mintából eltávozott kristályvizet a rács lehűléskor fokozatosan újra felveszi. A kezdeti vízvesztési értékek eltérései parawolframát iononként 1-3 vízmolekula távozásának felelnek meg.

A változás során a parawolframát ionokból felépített tércentrált monoklin elemi cella jellege nem változik, de a rácsállandók és azok aránya kissé módosul. Lehűtéskor a változás "kvázi-reverzibilis", vagyis ez az anyag újra felveszi az eltávozott kristályvizet, és a kiinduló szerkezet csaknem teljesen visszaáll, de ez a

csak érzékeny felvételi módszerekkel detektálható szerkezeti változás is elegendő ahhoz, hogy a felfűtés megismétlésekor az első kristályviz eltávozása már jóval alacsonyabb hőmérsékleten, 45°C környékén bekövetkezzék. /2. ábra/



2. ábra

APW. $5\text{H}_2\text{O}$ mintáról a második felfűtés folyamán készült röntgen-diffrakciós felvétel. A film a minta mögött a felfűtéssel szinkronban mozog, és egy résen keresztül mindig a megfelelő szerkezethez tartozó diffrakciós vonalrendszert regisztrálja. A szárgatott vonalakkal jelölt hőmérsékleteken a vonalrendszer megváltozásai a vízvesztéssel kapcsolatos szerkezeti változásokat jelzik. /Átlagos hőmérséklet gradiens $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$ /

A felfűtés - lehűtés ciklusok megismétlése végül is az eredeti szemcsék felaprózódásához vezet. Ezt a jelenséget röntgendiffrakciós módszerrel ki is mutattuk.

A fenti vizsgálatok szerint az APW. $5\text{H}_2\text{O}$ előállításának és szárításának az optimálistól eltérő körülményei különböző, előnytelen termékek keletkezését, illetve a szemcseméret eloszlás megváltozását eredményezik, amely a végtermék tulajdonságait is nagymértékben befolyásolhatja.

M.Farkas-Jahnke, T.Grósz, E.Benes, K.Vadasdi:

Reversible chemical changes in the APW. $5\text{H}_2\text{O}$ / $(\text{NH}_4)_{10}[\text{N}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}]$.

• $5\text{H}_2\text{O}$ / during heat treatment

Fifth European Crystallographic Meeting, Collected Abstracts, 1979. p.327.

A FOLYADÉKFÁZISU SZINTERELÉS SORÁN BEKÖVETKEZŐ IRÁNYÍTOTT SZEMCSENÖVEKEDÉS HAJTÓERŐI

Kozma László

Winfried Huppmann⁺

Bartha László

Mezei Pál⁺⁺

A préselt portestek szinterelése során jelentős energia-megtakarítás érhető el aktivátorok alkalmazásával. Az aktivált szinterelés egyik jellegzetes esete a folyadékfázisu szinterelés, amelyet az ipari gyakorlatban széles körben alkalmaznak. A folyamat részleteinek megértéséhez így - az anyagtudományi megismerésen túl - gazdasági érdek is fűződik.

A szemcseméretnek a folyadékfázisu szinterelés során bekövetkező változása az irodalom szerint az Ostwald-érés és az összenövés /koaleszcencia/ révén lehetséges. Az előbbi a különböző kiindulási méretű szemcsék közt megy végbe a kisebbek feloldódásával és ujrakristályosodásukkal a nagyobb szemcséken. A szemcsék méretkülönbségéből adódó hajtóerő viszonylag kicsi, ezért a folyamat szférikus szemcsenövekedést eredményez. Az eredeti szemcsealak megtartása mellett bekövetkező gyors szemcsenövekedést, vagyis az összenövést, a szemcsék között képződő szemcsehatár vándorlásával magyarázták.

Az utóbbi időben számos megfigyelés arra mutatott, hogy a szemcsenövekedés hajtóereje nemcsak a felületi energia különbségből adódhat.

Meghatározott irányu anyagtranszportot figyeltek meg különböző tárolt energiasűrűségű szemcsék között. A kristálytani orientáció különbségének is hatása van az átoldódás irányára. A kvalitatív leírásen túl viszont nem ismertettek a hajtóerők nagyságára vonatkozó adatokat.

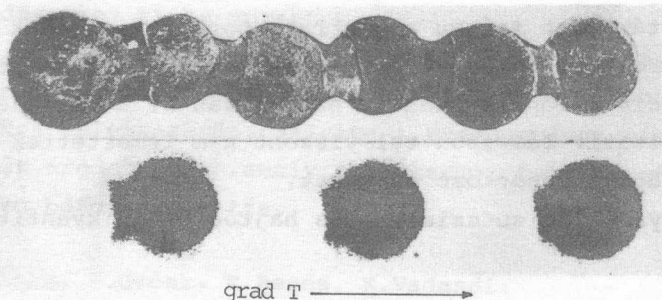
A folyadékfázisu szinterelés hajtóerőinek kvantitatív le-

⁺ Sintermetallwerk Krebsöge, Radevormwald, NSZK

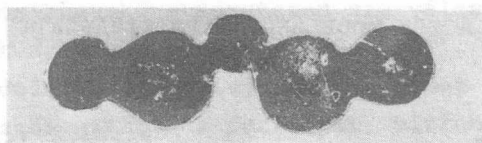
⁺⁺ EME Ált. és Analitikai Kémia Tanszék, Budapest

írása céljából a jól ismert W-Ni rendszert vizsgáltuk. 1,2 és 2×10^{-4} m átmérőjű wolframgolyókat nikkel-olvadékban szintereltünk. A szinterelődött golyópárok, illetve láncok vizsgálata metallográfiás csiszolatok segítségével történt. Az anyagtranszportot autoradiográfiás nyomjelzéses technikával¹ követtük nyomon. Kiegészítő mikroszondás méréseket is végeztünk. Meghatároztuk a szemcsenövekedés lehetséges hajtóerőinek nagyságát, s ezzel olyan termodinamikai modellt hoztunk létre, amely általánosabb, mint az Ostwald-érés, és amelyből levezethető, hogy ez utóbbi az oldódási-ujrakristályosodási folyamatnak csak az egyik lehetséges esete.

Az irányított szemcsenövekedést a szemcsék közti folyadék-retegben az a kémiai potenciálkülönbség váltja ki, amelyet a szemcsék közötti hőmérséklet-, méret-, orientáció-, vagy tárolt energiakülönbség hozhat létre. Ezek a hajtóerők a vizsgált rendszerben hasonló nagyságrendűek $/10^{-2} - 10^{-1} \text{ J.grammatom}^{-1} /$. A kémiai potenciálkülönbség a folyadékon belül anyagáramot indít el, amely teltelítést hoz létre a kisebb szabadenergiájú szemcsével egyensúlyban levő folyadékrétegben, s elegykristály kiválásához vezet. Az oldódó tiszta fém és a kiváló ötvözet között akkora kémiai potenciálkülönbség jön létre, amely kb. 4 nagyságrenddel meghaladja a folyamatot beindító hajtóerőket, és szerepüket átveve, a nukleáció után a további növekedés hajtóerejévé válik.



1. ábra: A hőmérsékletgradiens, nem pedig a tárolt energia sűrűségének különbsége határozza meg a növekedés irányát. A nyomjelzett golyók befagyasztott energiával rendelkeztek. $\Delta T / \Delta x = 10^4 \text{ K/m}$



grad T →

2. ábra: A növekedés iránya, amelyet az alkalmazott hőmérséklet-gradiens határoz meg, ellentétes az Ostwald-érésével

$$\Delta T / \Delta x = 2,2 \cdot 10^4 \text{ K/m}$$

Az Intézetünkben végzett munka eredményeit Kozma László a Max-Planck Institut für Metallforschung szemináriumán /Stuttgart/ és a Metals Society /London/ 1979. évi konferenciáján tartott előadásában ismertette. A kritikák szerint az ismertett eredmények a folyadékfázisu szinterelés hajtóerőire vonatkozó első megbízható kísérleti eredményeken nyugvó mennyiségi adatok a szakirodalomban.

1. L.Kozma, W.J.Huppmann

Int. J.Powder Met. and Powder Techn. 15, 115 /1979/.

PERKOLÁCIÓS MODELLEK ÉS PORKOHÁSZATI
ALKALMAZÁSUK

Gesztli Tamás

Kertész János

Vicsek Tamás

A porkohászati kiindulási anyagok szemcséi között préselés és hőkezelés hatására egyre több kötés jön létre. Ez a szemcséket egyre nagyobb fűrtökké köti össze, majd - a kötések egy meghatározott küszöbkonzentrációját elérve - kialakul az egész mintát behálózó "végtelen fűrt". A küszöbkonzentráció létezése és a fűrtöknek a küszöb körüli növekedése a folyamatnak olyan geometriai oldala, amely alig függ a kötések konkrét fizikai-kémiai tulajdonságaitól. A fűrtképződés ezen geometriai képével foglalkozik a perkolációelmélet /magyarul szivárgáselmélet: pl. elektromos áram szemcséről szemcsére való szivárgásának elmélete./

Érdekes módon ugyanez a geometriai modell a porkohászati folyamatokban még legalább két helyen alkalmazható. A szemcsék közötti üregek lefűződése és a felületről való elzáródása egy fordított irányú perkolációs átmenetnél következik be, amit a "fűrtök" további leépülése, az üregek buborékokká való felaprózódása követ. Hasonlóan perkolációs átmenetnek tekinthető az a folyamat, amikor préselés közben keletkező több mikrorepedés végül egy nagy repedéssé egyesül, amely mentén a minta széttörik.

A perkolációs átmenetek sok tekintetben hasonlóak a termodinamikából ismert másodfajú fázisátalakulásokhoz: a hőmérsékletnek a koncentráció, a rendezett fázisnak a végtelen fűrt felel meg. Ezt az analógiát az utóbbi évek kutatásai messzemenően kiaknázták.

Ugyanakkor a porkohászati folyamatok perkolációelméleti tárgyalása gyakorlati előnyöket ígér. A szemcsék összenövésének perkolációs viselkedése lehetővé teszi, hogy jobban megértsük az elektromos ellenállás változását préselés és szinte-

relés közben, és hogy következetesen szétválasszuk a kontaktustulajdonságokat a fűrtgeometriai hatásoktól¹. Az üregelzáródás perkolációs modellezése felhívja a figyelmet az átmenet élességére, ami hozzásegíthet a puffadást biztonsággal elkerülő technológia kialakításához.

A repedéshálózatok perkolációs modelljének keresése érdekes új felismeréshez vezetett². Ha egy mintát teljesen átvágó repedés menete tulságosan "kanyargós", akkor a minta két fele a visszakanyarodásoknál egymásba akaszkozhat és a repedés ellenére sem esik szét. A visszakanyarodás nélküli "végtelen" repedés keresésének problémájáról kiderült, hogy ez kétdimenziós rendszerek /pl. vékony lemezek/ esetén ekvivalens a matematikusok által ismert, de alig vizsgált orientált kötésperkoláció problémájával, amelyben a kötéseknek meghatározott irányuk van, és csak olyan fűrtöket fogadunk el, amelyek a kötések mentén megengedett irányban végigjárhatók.

A kétdimenziós orientált kötésperkolációt rácsmodelleken vizsgáltuk, ahol a kötések egy megadott irányra /térirány/ vett vetületük szerint kaptak irányítást. Számítógépes Monte-Carlo modellezésben véletlenszerűen betöltve a rácsok éleit, többféle rácsra meghatároztuk az orientált perkoláció küszöbkonzentrációját. A táblázatban a különböző rácsokat egy-egy csomópontjukkal jellemeztük, függőlegesen lefelé mutató térirány mellett. Két-két összetartozó sor azonos rácsot jelent, különböző orientációban. p_c^o a nem orientált, p_c^o az orientált perkolációs küszöb.

	p_C^O	P_C	<div>tér ↓</div>
+	0.53 ± 0.015	0.5	
×	0.635 ± 0.008		
Y	0.816 ± 0.01	0.6527	
Y	0.725 ± 0.012		
✱	0.465 ± 0.02	0.3473	
✱	0.4 ± 0.02		

LED ESZKÖZÖK OBJEKTIV ÉS PSZICHOFIZIKAI ÉRTÉKELÉSE

Wágnerné Pálmai Éva

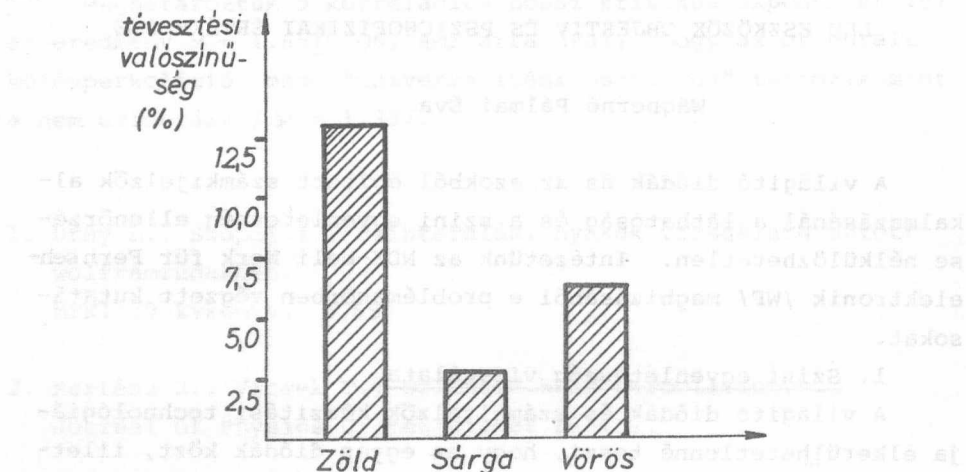
A világító diódák és az azokból épített számkijelzők alkalmazásánál a láthatóság és a szini egyenletesség ellenőrzése nélkülözhetetlen. Intézetünk az NDK-beli Werk für Fernseh-elektronik /WF/ megbízásából e problémakörben végzett kutatásokat.

1. Szini egyenletesség vizsgálata

A világító diódák és számkijelzők készítési technológiája elkerülhetetlenné teszi, hogy az egyes diódák közt, illetve a számkijelzőkbe beépített chipek között kisebb-nagyobb mértékű szini eltérés ne mutatkozzék. E szinkülönbségek sárga és zöld diódák használatakor a diódaszínek összetévesztéséhez vezethetnek, de több diódát alkalmazó számkijelzők esetén is ez a szini egyenletlenség zavaró hatása. Ezért egyrészt vizsgáltuk a különböző esetekben megengedhető maximális szineltérés mértékét, másrészt, hogy ezt a szineltérést mekkora szinképbeli változás hozza létre. Vizsgálataink azt mutatták, hogy a szindiatogram vörös-sárga-zöld tartományában egyetlen kijelzőbe beépített chipek esetén azok szini eltérése nem lehet nagyobb mint $4 \Delta E$ egység, egy panelre felszerelésre kerülő világító diódáké pedig $8 \Delta E$ szinkülönbség. Ezen szineltéréshez az egyes szinképtartományokban 6, 1, 2 nm hullámhosszváltozás engedhető meg a szinkép maximumában, ha a szinkép alakja nem változik.

2. Láthatósági vizsgálatok

A világító diódás számkijelzők igen telített színű fényforrások, amelyeknek a szokásos fotometriai fénysűrűsége már nem használható, mint láthatósági kritérium. Vizsgáltuk, hogy a különböző színű, de azonos felépítésű, illetve különböző felépítésű világító diódás számkijelzők láthatósága miként változik. Az 1. ábra szemlélteti, hogy vörös, sárga és zöld színű számkijelzők esetén azonos fénysűrűséget és azonos kontrasztot beállítva a sárga számkijelzők leolvasásakor legkisebb



1. ábra

a tévesztés valószínűsége, a vörös számkijelzők valamivel rosszabbaknak bizonyultak, míg a zöld színű kijelzők láthatósága lényegesen rosszabb. A számkijelzők felismerhetőségét azzal jellemeztük, hogy egy átlagos megfigyelő a rövid időre véletlenszerűen felvillanó háromjegyű számot milyen tévesztési valószínűséggel olvasta le. /Egy-egy megfigyelővel 50 ilyen próbálkozást végeztettünk./

Hasonló felépítésű berendezéssel vizsgáltuk, hogy azonos színű és alapfelépítésű számkijelzők leolvashatósága miként változik, ha a világító és nem világító szegmensek fénysűrűség viszonyát, illetve a nem világító szegmens és a háttér fénysűrűségi arányát változtatjuk. Ezen kísérletsorozatunkból azt a következtetést vonhattuk le, hogy a világító és nem világító szegmensek fénysűrűségi viszonyát lehetőleg nagyra kell választani. Ehhez a világító diódák fölött elhelyezett fényvezető színezését kell optimalizálni. Vizsgálataink alapján a WF vállalat úgy döntött, hogy a már gyártásban levő vörös számkijelzőkön kívül elsősorban a jobb látási viszonyokat biztosító sárga számkijelzőket fejleszti tovább, és azoknak a leolvashatóságát a világító szegmens kontrasztjának növelésével javítja.

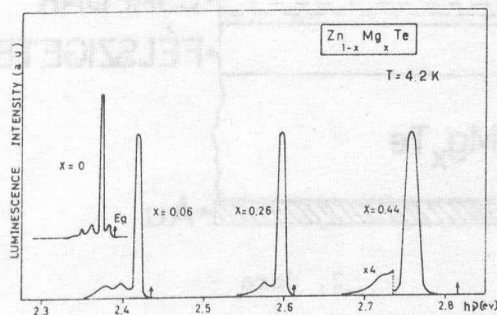
ZnMgTe ALAPU FÉNYKIBOCSÁTÓ ESZKÖZÖK KÉSZÍTÉSE

Somogyi Károly

A félvezető alapu fénykibocsátó /elsősorban LED/ eszközök vizsgálatának és előállításának egyik legaktuálisabb kérdése a látható szinkép kék tartományában emittáló eszközök kifejlesztése.

A francia CNRS Szilárdtestfizikai Intézetében /Meudon/, az ott kifejlesztett kristálynövesztési technológia¹ alkalmazásával, a CEA-LETI /Grenoble/ munkatársai közreműködésével, zöld és kék színű LED-ek előállítása céljából nagytisztaságu és adalékolt $\text{Zn}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Te}$ egykristályok fizikai tulajdonságait vizsgáltuk. A foto- és katódlumineszcens vizsgálatok bizonyították, hogy a fő lumineszcens csucs közel áll a tiltott sáv szélességéhez, az összetétel változtatásával pedig követi azt a $0 < x < 0,45$ összetételek tartományában.

Ezt mutatja az 1. ábra a 4,2 K hőmérsékleten mért fotolumineszcencia esetében. Látható, hogy az $x \approx 0,35$ összetétel környezetében a várt kék emisszió elérhető.

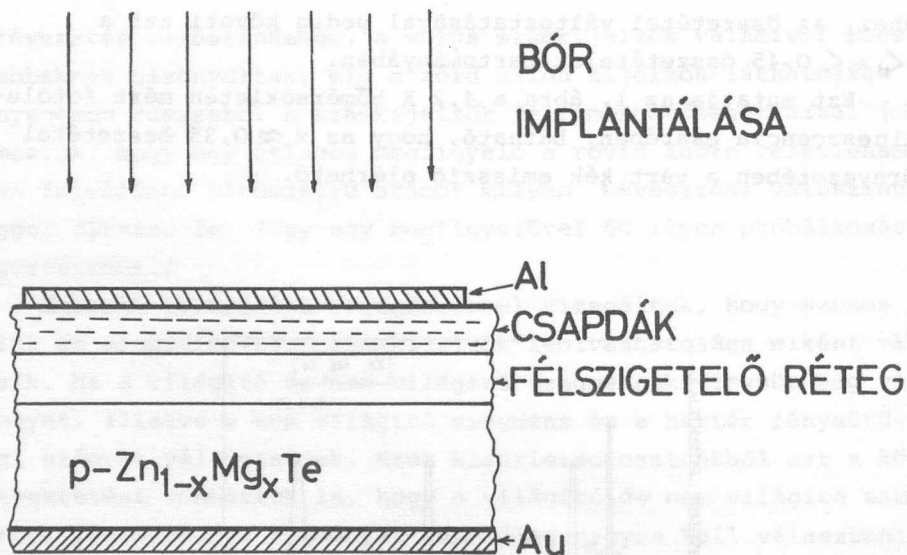


1. ábra

A fő lumineszcens csúcs keletkezését a természetes hibahelyeken és a maradék szennyezőkön /elsősorban Li/ kötött excitonok rekombinációjával magyaráztuk².

Az elektromos és a galvanomágneses vizsgálatok azt mutatják, hogy ezen anyagok az $x < 0,45$ összetételnél mindig p típusúak, bár fajlagos ellenállásuk drasztikusan nő x növekedésével, és az eddig alkalmazott adalékanyagokkal /P és Al/ a vezetési típus nem változtatható meg, a fajlagos ellenállás azonban számottevően csökkenthető.

Mivel p-n átmenetek létrehozása nem volt lehetséges, ezért a ZnTe esetére kidolgozott MIS típusu fényemittáló szerkezeteket³ alakítottunk ki. Ennek sematikus képét a 2. ábra reprezentálja.



2. ábra

A polírozott egykristály felületére párologtatott aluminium rétegen keresztül bórimplantációt hajtottunk végre, amely a kristályban egy félszigetelő és egy "csapdaréteget" hoz létre. E két réteg együttes vastagsága kb. $1,5 \mu\text{m}$.

Az adalékolatlan, $x = 0,10$ összetételű kristályokon elkészített működő eszközök becsült hatásfoka 10^{-5} , nyitófeszültsége kb. 7 V, emissziós hullámhossza 539 nm volt.

A szokásos geometriai módszereken kívül a hatásfok javítható az alapanyag ellenállásának csökkentésével /megfelelő adalékanyag optimalizált koncentrációban; esetleg más típusú előállítási vagy adalékolási technológia/, valamint az implantáció optimalizálásával. A fotolumineszcens válasz ns tartományba eső gyorsasága speciális, nagysebességű alkalmazási lehetőségeket is feltételez.

1. J.C.Guillaume, J.Chevallier, J.F. Rommeluere, G. Rouy, G.Revel: Rev. Phys. Appl. 11, 725 /1976/.
2. K.Somogyi, J.Chevallier, J.F. Rommeluere, J.Marine, B.Schaub: IEEE Trans. on Electron Devices, ED-26, 1198 /1979/.
3. J.L.Tissot, G.Labrunie, J.Marine: IEEE Trans. on Electron Devices, ED-26, 1202 /1979/.



14.16

